



HAL
open science

Etude du lien entre traitement thermique, propriétés mécaniques et amorçage de la rupture fragile par clivage d'un acier faiblement allié trempé revenu

Jean-Baptiste Delattre

► **To cite this version:**

Jean-Baptiste Delattre. Etude du lien entre traitement thermique, propriétés mécaniques et amorçage de la rupture fragile par clivage d'un acier faiblement allié trempé revenu. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2024. Français. NNT : 2024UPSLM014 . tel-04719391

HAL Id: tel-04719391

<https://pastel.hal.science/tel-04719391v1>

Submitted on 3 Oct 2024

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.



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à Mines Paris

**Étude du lien entre traitement thermique, propriétés
mécaniques et amorçage de la rupture fragile par clivage
d'un acier faiblement allié trempé revenu.**

Soutenue par

Jean-Baptiste DELATTRE

Le 30 janvier 2024

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Énergétique (ISMME)**

Spécialité

**Sciences et génie des
matériaux**

Composition du jury :

| | |
|---|---------------------------|
| Sébastien, ALLAIN Professeur des universités Université de Lorraine – IJL | <i>Président</i> |
| Clotilde, BERDIN Professeur Université Paris Saclay – ICMMO | <i>Rapporteur</i> |
| Denis, DELAGNES Professeur IMT Mines Albi | <i>Rapporteur</i> |
| Thomas, PARDOEN Professeur UCLouvain | <i>Examineur</i> |
| Pierre, JOLY Ingénieur, docteur FRAMATOME | <i>Examineur</i> |
| Jean-Philippe, MATHIEU Ingénieur, docteur EDF R&D | <i>Examineur</i> |
| Bernard, MARINI Ingénieur de recherche, docteur CEA Saclay | <i>Examineur</i> |
| Anne-Françoise, GOURGUES-LORENZON Professeur Mines Paris - PSL | <i>Directeur de thèse</i> |

À Henri Guillet (1927-2019),

Nobis tempus, eis aeternitas

Remerciements

Ce manuscrit de thèse, certes un peu épais, n'est pas le fruit du travail de son seul auteur. Le nom du doctorant est l'arbre qui cache la forêt de toutes les personnes sans qui cette étude n'aurait pas été possible.

J'aimerais tout d'abord commencer par remercier mes encadrants, Bernard et Anne-Françoise. Merci à vous deux pour votre patience infinie durant la rédaction du manuscrit, toute la thèse et votre amour de la science des matériaux que j'espère garder ! Vous avez su former un parfait équilibre de rigueur scientifique, d'enthousiasme, d'écoute, de bienveillance et de curiosité insatiable durant ces quatre ans. C'est grâce à vous que j'ai pu grandir et m'épanouir avec ce vaste sujet et je souhaite à tout les doctorants de pouvoir bénéficier d'un encadrement d'une telle qualité.

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre le CEA, EDF R&D et Framatome. Merci à Pierre Joly, Patrick Todeschini, Jean-Philippe Mathieu, Arina Marchenko, Daniel Brimbal, Frank Tioguem pour leur confiance et nos échanges tout au long de cette étude.

Je remercie également chaudement les membres du jury d'avoir accepté d'examiner cette thèse, malgré un manuscrit peut-être plus épais que la moyenne. J'aimerais en particulier remercier M. Thomas Pardoën pour ce passage au tableau et à la craie.

Cette thèse s'est faite entre trois laboratoires, le Centre des Matériaux et le LA2M et le LC2M au CEA où un grand nombre de personnes ont participé à ce projet. Merci à Amélie Gangloff de m'avoir formé à la fractographie qui m'a suivi ensuite toutes ces années. Merci à Robin Le Coz, Adam Sarrazin, Louis Ziolk, Jean-Luc Flament, Elodie Pons et Pierre Wident qui ont réalisé ou m'ont aidé à réaliser une partie des "quelques" essais mécaniques de cette thèse. Merci à Thomas Guilbert de m'avoir formé à la dilatométrie qui me sert encore aujourd'hui. Merci à Caroline Tofolon pour son support lors des simulations thermocalc. Merci à Fabrice Gaslain, Lynh-Thy Tran-Hoang et Maria Simoes au Centre des Matériaux. C'est grâce à eux que j'ai pu avancer sereinement et avec une grande confiance dans les résultats.

Cette thèse fût aussi l'occasion de faire de belles rencontres et pour n'en citer que quelques-unes : Cédric Sénac, Clément Lafond (te voilà donc cité dans mes remerciements), Elodie Rouesne, Emma Kruck, Martin Madelin, Paul Gokelaere (prononcer : "Go-queue-lard"), Azza, Boualem Rais, Abderahman Guelzin, Hadrien dit "gogolito", Emilien Guy, Pascal Noirot, Caina Bemfica de Carros.

Un grand remerciement à "Fondue", ce groupe d'amis des Mines, qui a su si délicatement me rappeler (souvent) que je devrais, un jour peut-être, finir de rédiger. Merci aussi à tous mes

amis qui m'ont supporté alors que je parlais de Thérèse (le petit nom de la thèse), qui m'ont aidé et inspiré durant ces années.

Un immense merci à Guillaume de m'avoir soutenu tout au long de ce chemin !

Je souhaite également souhaiter bon courage à Julie Papin, qui prend la suite de ce travail et qui va découvrir les joies (et peut-être les peines) de la métallurgie mécanique et de la fractographie.

Enfin les derniers remerciements vont à ma famille, c'est grâce à vous que j'ai pu me lancer et finir cette aventure !

Résumé

Les composants épais des centrales à réacteurs à eau pressurisée (REP) comme la cuve ou le générateur de vapeur sont obtenus par forgeage et traitements thermiques à partir d'un lingot. À la fin de ce processus, le traitement thermique de qualité (TTQ) donne au composant ses propriétés finales. Les étapes typiques de ce traitement consistent en une austénitisation suivie d'une trempe et d'un revenu. Or les composants présentent une épaisseur importante (entre 100 et 700 mm) qui entraîne l'apparition, durant la trempe, d'un fort gradient microstructural et donc de propriétés mécaniques, notamment des propriétés à rupture. Il n'existe pas, à l'heure actuelle, d'étude systématique pour un même matériau de la relation entre paramètres de traitement thermique, microstructure et propriétés à rupture dans le domaine fragile, pour les aciers faiblement alliés utilisés pour ces composants. Cette étude vient apporter des premiers éléments expérimentaux pour déterminer ce lien. Partant d'un matériau homogène d'origine industrielle, 18 traitements thermiques différents ont été réalisés en faisant varier à la fois vitesse de refroidissement après austénitisation, température et durée de revenu. Ces 18 microstructures ont été caractérisées en traction, en résilience et en ténacité. Des différences notables ont ainsi été mises en évidence : 75 °C de différence maximale entre les températures de transition ductile-fragile et jusqu'à 70 J de différence pour les énergies au palier ductile. La vitesse de refroidissement est identifiée comme le paramètre d'influence au premier ordre sur les propriétés mécaniques et à rupture. Le revenu permet de réduire les écarts de propriétés en traction entre les microstructures mais pas les écarts de propriétés à rupture. Certaines corrélations entre la striction et l'énergie absorbée au palier ductile ou entre la limite d'élasticité et la température de transition ont été révélées. Les contraintes critiques de clivage de certaines microstructures ont également été déterminées par une campagne d'essais sur éprouvettes de traction entaillées couplée à une analyse par éléments finis. Ces valeurs ont été comparées à celles estimées à partir d'essais de résilience au moyen d'une méthode simplifiée. Par une campagne de fractographie systématique sur toutes les éprouvettes rompues dans le domaine fragile, une typologie de sites d'amorçage commune à toutes les microstructures a été déterminée. L'amorçage se produit de manière prépondérante sur un carbure enrichi en manganèse et molybdène localisé à un joint et de taille moyenne 0,85 μm . C'est la première fois qu'une configuration d'amorçage générique a été directement mise en évidence pour une telle variabilité microstructurale. Ce résultat fournit de nouvelles bases pour la modélisation micromécanique de l'amorçage du clivage dans pour les aciers ferritiques trempés revenus.

Abstract

Thick components for pressurized water reactor (PWR) power plants, such as the pressure vessel or steam generator, are obtained by forging and heat treatment of an ingot. At the end of this process, the quality heat treatment (QHT) gives the component its final properties. Typical steps in this process include austenitizing, followed by quenching and tempering. However, these components are very thick (between 100 and 700 mm), which means that during quenching, a steep microstructural gradient is created, which in turn affects mechanical properties, particularly fracture properties. There is currently no systematic study, for a single material, of the relationship between heat treatment parameters, microstructure and fracture properties in the brittle range, for the low-alloy steels used for these components. This study provides the first experimental evidence for determining this relationship. Starting from a homogeneous material of industrial origin, 18 different heat treatments were carried out, varying the cooling rate after austenitization, the tempering temperature and the tempering time. These 18 microstructures were characterized in terms of tensile strength, impact strength and toughness. Notable differences were revealed : 75 °C maximum difference between ductile-fragile transition temperatures and up to 70 J difference in ductile upper shelf energies. The cooling rate is identified as the first-order parameter influencing mechanical and fracture properties. Tempering reduces differences in tensile properties between microstructures, but not the differences in fracture properties. A number of correlations have been revealed between striction and the upper shelf energy, or between the yield strength and the transition temperature. The critical cleavage stresses of certain microstructures were also determined by a campaign of tests on notched tensile specimens coupled with finite element analysis. These values were compared with those estimated from impact tests using a simplified method. A systematic fractography campaign on all fractured specimens in the brittle domain revealed a typology of initiation sites common to all microstructures. Initiation occurs predominantly on a manganese and molybdenum enriched carbide located at a grain boundary and averaging 0.85 μm in size. This is the first time that a generic initiation pattern has been directly demonstrated for such microstructural variability. This result provides a new basis for micromechanical modeling of cleavage initiation in tempered ferritic steels.

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Acronymes | xi |
| Introduction | 1 |
| 1 Revue bibliographique | 3 |
| 1 Conditions industrielles d'élaboration des pièces forgées | 6 |
| 2 Microstructures et transformations des aciers de cuve | 7 |
| 2.1 Notions générales | 7 |
| 2.1.1 Modes de transformation | 8 |
| 2.1.2 Relations d'orientation | 9 |
| 2.2 Microstructures de décomposition de l'austénite | 19 |
| 2.2.1 Ferrite proeutectoïde | 19 |
| 2.2.2 Perlite | 21 |
| 2.2.3 Martensite | 22 |
| 2.2.4 Bainite | 24 |
| 2.3 Revenu des microstructures à l'issue de la trempe | 46 |
| 2.3.1 Revenu de la perlite et de la ferrite proeutectoïde | 47 |
| 2.3.2 Revenu de la martensite | 47 |
| 2.3.3 Revenu de la bainite | 48 |
| 3 Rupture fragile transgranulaire par clivage | 59 |
| 3.1 Comment évaluer la résistance à la rupture du matériau ? | 59 |
| 3.1.1 Résilience | 60 |
| 3.1.2 Ténacité | 60 |
| 3.1.3 Enjeux de l'évaluation des propriétés à rupture | 61 |
| 3.2 Description phénoménologique du mécanisme de rupture par clivage | 62 |
| 3.2.1 Germination d'une microfissure | 63 |
| 3.2.2 Propagation de la microfissure | 63 |
| 3.2.3 Propagation à plus grande échelle, franchissement des barrières microstructurales | 65 |
| 3.3 Rupture par clivage des aciers de cuve | 65 |
| 3.3.1 Étape déterminante du clivage | 65 |
| 3.3.2 Aspect des faciès de rupture | 66 |
| 3.3.3 Amorçage de la rupture fragile | 69 |
| 3.3.4 Propagation de la fissure dans les grains avoisinants | 72 |
| 3.3.5 Transition ductile-fragile : effet de la température | 74 |
| 3.4 Effet de la microstructure sur la résistance à la rupture fragile par clivage transgranulaire | 75 |
| 3.4.1 Effet du type de microstructure | 75 |
| 3.4.2 Effet de la désorientation | 76 |

| | | |
|------------------------------------|--|------------|
| 3.4.3 | Effet de la taille de grain austénitique | 76 |
| 3.4.4 | Effet de la taille des éléments (paquets et blocs) de la structure bainitique | 77 |
| 3.4.5 | Effet des dimensions des constituants secondaires | 78 |
| 3.5 | Évolution des propriétés mécaniques en fonction des paramètres de trai- tement thermique | 78 |
| 3.5.1 | Évolution des propriétés en traction | 79 |
| 3.5.2 | Évolution des propriétés à rupture | 80 |
| 3.6 | Modélisation de la rupture fragile : Approches locales, traitements statis- tiques | 81 |
| 3.6.1 | Hypothèse du maillon le plus faible | 82 |
| 3.6.2 | Modèle de BEREMIN (1983) | 82 |
| Bibliographie du chapitre 1 | | 88 |
| 2 | Caractérisation de l'état à réception, détermination et réalisation du plan de traitement thermique | 101 |
| 1 | Origine du matériau | 103 |
| 2 | Caractérisation métallurgique du matériau à réception | 107 |
| 2.1 | Composition chimique et dureté du matériau | 107 |
| 2.1.1 | Variations à l'échelle macroscopique | 107 |
| 2.1.2 | Variations de la composition à l'échelle microstructurale | 110 |
| 2.2 | Caractérisation microstructurale | 112 |
| 3 | Analyse de la population d'inclusions du matériau à réception | 115 |
| 4 | Caractérisation des propriétés mécaniques et à rupture du matériau à réception . | 120 |
| 4.1 | Détermination des propriétés en traction du matériau à réception | 120 |
| 4.2 | Détermination de la transition ductile-fragile du matériau à réception . . . | 123 |
| 5 | Réalisation des traitements thermiques et transformations du matériau | 126 |
| 5.1 | Détermination du plan de traitement thermique | 126 |
| 5.2 | Étude des transformations au refroidissement après austénitisation du matériau à réception | 127 |
| 5.3 | Réalisation des traitements thermiques | 131 |
| 5.3.1 | Réalisation des refroidissements sur plaques et comparaison avec le diagramme TRC | 131 |
| 5.3.2 | Réalisation des revenus | 133 |
| 5.4 | Dureté des microstructures brutes de refroidissement | 134 |
| Bibliographie du chapitre 2 | | 137 |
| 3 | Effet des paramètres de traitement thermique sur la microstructure et les propriétés | 139 |
| 1 | Évolutions microstructurales lors des traitements thermiques | 141 |
| 1.1 | Variations de la dureté en fonction du traitement thermique | 141 |
| 1.2 | Variations de la microstructure | 145 |
| 1.2.1 | Microstructures morphologiques rencontrées | 145 |
| 1.2.2 | Phases secondaires types rencontrées lors des observations | 148 |
| 1.2.3 | Étude des désorientations cristallines dans la matrice | 153 |
| 1.2.4 | Remarques sur l'effet du revenu sur la microstructure | 156 |
| 2 | Variations des propriétés mécaniques avec les paramètres de traitement thermique | 159 |
| 2.1 | Effet du traitement thermique et de la microstructure sur les propriétés en traction | 159 |

| | | |
|------------------------------------|--|------------|
| 2.1.1 | Limite d'élasticité et résistance mécanique | 161 |
| 2.1.2 | Propriétés en ductilité | 164 |
| 2.2 | Variations des propriétés en résilience | 165 |
| 2.2.1 | Évolution de l'énergie au palier fragile | 168 |
| 2.2.2 | Évolution de l'énergie au palier ductile | 168 |
| 2.2.3 | Évolution de la température de transition avec les conditions de traitement thermique | 171 |
| 2.2.4 | Dispersion des résultats d'essais dans la transition | 173 |
| 2.2.5 | Évolution de la largeur de la transition | 174 |
| 2.3 | Variations de la ténacité avec les conditions de traitement thermique | 175 |
| 3 | Quelles sont les relations entre les différentes caractéristiques mécaniques? | 178 |
| 3.1 | Relation entre dureté et propriétés en traction | 178 |
| 3.2 | Relation entre propriétés en traction et résilience | 179 |
| 3.2.1 | Corrélations avec l'énergie au palier ductile | 179 |
| 3.2.2 | Corrélations autour de la température de transition | 181 |
| 3.3 | Relation entre ténacité et résilience | 182 |
| Bibliographie du chapitre 3 | | 186 |
| 4 | Détermination des contraintes critiques et modélisation par Approche Locale | 187 |
| 1 | Méthode du Load Diagram : évaluation des contraintes critiques de clivage pour les essais de résilience | 189 |
| 1.1 | Présentation de la méthode d'estimation de la contrainte critique de clivage à l'aide du Load Diagram | 189 |
| 1.2 | Déclinaison de la méthode aux résultats expérimentaux | 192 |
| 2 | Campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées, détermination des contraintes critiques de clivage | 197 |
| 2.1 | Campagne d'essais | 197 |
| 2.1.1 | Conditions d'essai | 197 |
| 2.1.2 | Résultats d'essai | 199 |
| 2.2 | Estimation des contraintes critiques par la méthode des éléments finis | 205 |
| 2.2.1 | Paramétrage de la simulation et identification des lois de comportement | 205 |
| 2.2.2 | Résultats de la simulation et comparaison avec les courbes expérimentales | 207 |
| 2.3 | Relation entre les contraintes critiques, les propriétés mécaniques et les paramètres de traitement thermique | 211 |
| 2.3.1 | Relation avec les paramètres de traitement thermique | 211 |
| 2.4 | Différences entre les contraintes critiques de clivage déterminées dans cette campagne et celles du Load Diagram | 213 |
| 2.4.1 | Relation entre contraintes critiques, température et comportement élastoplastique | 214 |
| 2.4.2 | Relation entre contraintes critiques et température de transition | 215 |
| 3 | Application d'un modèle d'Approche Locale aux résultats expérimentaux | 217 |
| Bibliographie du chapitre 4 | | 223 |
| 5 | Amorçage de la rupture fragile dans les aciers de cuve | 224 |
| 1 | Justification et méthodologie de l'étude fractographique | 226 |
| 1.1 | Méthodologie d'étude fractographique | 226 |

| | | |
|------------------------------------|---|------------|
| 1.2 | Identification de la composition chimique en présence de soufre et de molybdène lors d'une analyse EDX | 231 |
| 1.3 | Description de la campagne d'expertise | 232 |
| 2 | Classification des types de site d'amorçage | 234 |
| 2.1 | Type <i>I</i> : Amorçage de la rupture fragile par un carbure | 234 |
| 2.1.1 | Description morphologique et analyse chimique des constituants au site d'amorçage | 235 |
| 2.1.2 | Étude de répliques extractives par microscopie électronique en transmission | 240 |
| 2.1.3 | Caractérisation de l'environnement cristallin de deux sites d'amorçage en EBSD | 246 |
| 2.2 | Type <i>II</i> : Amorçage de la rupture fragile par une inclusion ou un ensemble d'inclusions | 248 |
| 2.2.1 | Descriptions des différentes inclusions sur les sites d'amorçage | 248 |
| 2.2.2 | Caractéristiques générales de la rupture sur inclusion | 251 |
| 2.3 | Type <i>III</i> : amorçage sur un bord de facette déchiré de manière ductile | 252 |
| 2.4 | Type <i>IV</i> : Sites inclassifiables | 253 |
| 3 | Recherche de relation entre les mécanismes physiques d'amorçage et les propriétés mécaniques | 256 |
| 3.1 | Le type d'amorçage a-t-il un lien avec les paramètres de traitement thermique et les propriétés mécaniques ? | 256 |
| 3.2 | Comparaison entre type d'amorçage et résultats d'essais individuels | 259 |
| 3.3 | Comparaison entre la taille de la particule d'amorçage et les résultats d'essais | 259 |
| 4 | Campagne d'essais de traction sur éprouvette entaillée : Recherche d'un lien entre caractéristiques du site d'amorçage et contrainte critique | 264 |
| 4.1 | Effet du type de site | 264 |
| 4.2 | Effet possible de la taille de l'amorce de clivage | 265 |
| 4.3 | Effet de la position du site d'amorçage des éprouvettes de traction entaillées | 266 |
| 4.4 | Effet de la taille de la première facette de clivage | 267 |
| Bibliographie du chapitre 5 | | 270 |
| Conclusion et perspectives | | 271 |
| 1 | Rappel | 271 |
| 2 | Conclusions de l'étude | 271 |
| 3 | Ouverture et perspectives | 273 |
| Annexes | | 277 |
| 1 | Résilience | 277 |
| 1.1 | Résultats expérimentaux par traitement thermique | 282 |
| 1.1.1 | Refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 282 |
| 1.1.2 | Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 290 |
| 1.1.3 | Refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 298 |
| 1.1.4 | Refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 304 |
| 1.2 | Comparaison des transitions par paramètres de revenu | 311 |
| 2 | Résultats de la méthode du Load Diagram par traitement thermique | 313 |
| 2.1 | Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 314 |
| 2.2 | Refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 316 |
| 2.3 | Refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 319 |
| 2.4 | Refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 321 |

| | | |
|-----|--|-----|
| 3 | Ténacité | 323 |
| 3.1 | Conditions d'essai | 323 |
| 3.2 | Résultats expérimentaux | 324 |
| 4 | Essais de traction | 326 |
| 4.1 | Conditions expérimentales | 326 |
| 4.2 | Points particuliers de la courbe de traction | 326 |
| 4.3 | Résultats expérimentaux | 329 |
| 4.4 | Refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 329 |
| 4.5 | Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 332 |
| 4.6 | Refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 334 |
| 4.7 | Refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ | 336 |
| 5 | Méthodologie d'étude de la dureté du matériau | 339 |
| 6 | Méthode pour les essais de dilatométrie et de tracé du diagramme TRC | 340 |
| 7 | Etude convergence du calcul par éléments finis des essais sur éprouvettes de traction entaillées | 342 |

| | |
|----------------------|------------|
| Bibliographie | 346 |
|----------------------|------------|

Acronymes

| | |
|------------|---|
| Ac_1 | Température au chauffage de début de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ |
| Ac_3 | Température au chauffage de fin de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ |
| Ae_1 | Limite de stabilité entre la phase α et la phase γ |
| B_f | Température <i>Bainite Finish</i> |
| B_s | Température <i>Bainite Start</i> |
| Cmp_{S-} | Composition chimique du matériau dans les zones ségréguées négativement |
| Cmp_0 | Composition chimique nominale du matériau |
| Cmp_{S+} | Composition chimique du matériau dans les zones ségréguées positivement |
| E_L | Énergie du palier fragile |
| e_U | Expansion latérale au palier ductile |
| E_U | Énergie du palier ductile |
| F_a | Charge d'arrêt de la rupture fragile |
| F_f | Température <i>Ferrite Finish</i> |
| F_{gy} | Charge à laquelle l'endommagement plastique s'est propagé dans tout le ligament de l'éprouvette de résilience |
| F_{iu} | Charge d'amorçage de la rupture fragile |
| F_m | Charge maximale atteinte durant l'essai de résilience |

| | |
|------------|---|
| F_s | Température <i>Ferrite Start</i> |
| NW | Relation d'orientation de Nishiyama-Wasserman |
| KS | Relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs |
| GT | Relation d'orientation de Greninger-Troiano |
| L | Direction de forgeage Longue : direction d'écoulement de la matière lors du forgeage |
| M_f | Température <i>Martensite Finish</i> |
| M_s | Température <i>Martensite Start</i> |
| $RCC - M$ | Code qui définit les Règles de Conception et Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des réacteurs à eau pressurisée (REP) |
| Re | Limite d'élasticité |
| $FATT$ | Fracture Appearance Transition Temperature |
| Rm | Résistance mécanique |
| $Rp_{0.2}$ | Limite d'élasticité à 0.2% de déformation plastique |
| T_0 | Température de référence de la Master Curve |
| T_{28J} | Température de transition à 28 J |
| T_{41J} | Température de transition à 41 J |
| $T_{50\%}$ | Température de transition à 50% de cristallinité |
| T_{56J} | Température de transition à 56 J |
| T_{68J} | Température de transition à 68 J |
| TC | Direction de forgeage Travers Court : direction orthogonale au plan de forgeage. |
| T_{hw} | Demi-largeur de la transition ductile-fragile |
| $Tk_{0.9}$ | Température de transition à 0.9 mm d'expansion latérale |

TL

Direction de forgeage Travers Long : direction dans le plan de forgeage perpendiculaire à direction d'écoulement

TRC

Transformations en refroidissement continu

TTD

Traitement Thermique de Détensionnement

TTP

Traitement Thermique de Précaution

TTQ

Traitement Thermique de Qualité

Introduction

Les composants lourds des réacteurs nucléaires à eau sous pression (REP), comme la cuve ou le générateur de vapeur, sont obtenus par forgeage et assemblage de pièces fabriquées à partir de lingots de fort tonnage. Au cours de ce processus, le traitement thermique de qualité (TTQ) donne aux pièces leur microstructure et leurs propriétés mécaniques. Les étapes de ce traitement sont composées d'austénitisations suivies d'une trempe et d'un revenu.

Ces composants présentent cependant une épaisseur importante (entre 100 et 600 mm) qui entraîne l'apparition, durant la trempe des pièces, d'un fort gradient microstructural. Pour des épaisseurs supérieures à environ 200 mm, on peut trouver, à cœur, un mélange de ferrite proeutectoïde et de bainite granulaire et, en surface avant la mise à la cote, de la bainite inférieure, voire de la martensite. Ce gradient microstructural induit une variation des propriétés mécaniques et notamment des propriétés à rupture suivant la position dans l'épaisseur. À cette hétérogénéité de vitesse de refroidissement s'ajoute des hétérogénéités chimiques (ségrégations à différentes échelles, partitionnement des éléments d'alliage lors des traitements thermiques), typiques de ce matériau, qui élargissent et complexifient le domaine de variations des microstructures et des propriétés, notamment à rupture.

La relation entre les paramètres de trempe et la microstructure a été largement étudiée dans la littérature ouverte. En particulier, la détermination du diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu) permet une définition simplifiée de ce lien. La relation entre microstructures et propriétés mécaniques reste, quant à elle, un sujet largement ouvert bien que déjà très étudié. Les tendances générales sont connues : la bainite inférieure présente de meilleures propriétés à rupture que la bainite supérieure ou la bainite granulaire ; la ferrite proeutectoïde a un effet délétère sur la résistance à la déformation plastique et à la rupture fragile. Mais les relations entre la microstructure et la rupture, notamment dans le domaine fragile, restent mal définies. Plusieurs études ont déjà montré le rôle délétère de différents types de précipités et inclusions sur les propriétés mais elles sont limitées, à chaque fois, à un petit nombre de conditions de traitement thermique et de microstructure. Il n'existe donc pas, à l'heure actuelle, d'étude systématique, pour un même matériau, des relations entre paramètres de traitement thermique, microstructure et propriétés à rupture dans le domaine fragile, pour les aciers faiblement alliés étudiés ici. Les travaux présentés dans ce mémoire visent notamment à combler cette lacune.

La modélisation de la rupture fragile peut être menée grâce à l'Approche Locale de la rupture. Cette démarche, introduite dans les années 1980, consiste en l'utilisation couplée

des essais mécaniques et de leur analyse mécanique par éléments finis, en présupposant un mécanisme physique d'amorçage, pour rendre compte de la distribution des résultats d'essais dans le domaine fragile et dans la transition ductile-fragile. Cette approche a été enrichie au fil des années, avec notamment des modèles prenant en compte les distributions de contraintes locales à l'intérieur des agrégats polycristallins. Néanmoins, les hypothèses de mécanisme physique de rupture, notamment en termes d'interactions entre plasticité, désorientations cristallines et populations de particules dures de type carbures ou inclusions, n'ont jamais été complètement vérifiées à l'échelle microscopique.

L'objectif de cette étude, réalisée dans le cadre de l'Accord Tripartite CEA-EDF-Framatome 2020 et essentiellement expérimentale, est donc, en partant d'une unique composition chimique et pour une large gamme de traitements thermiques, de déterminer la microstructure, les propriétés mécaniques et les mécanismes physiques d'amorçage de la rupture fragile sous différents modes de sollicitation obtenus à l'aide de différentes éprouvettes conventionnelles. Les résultats visent à permettre l'interprétation précise des variations de propriétés à rupture au regard des hétérogénéités microstructurales introduites par la trempe et le revenu et à questionner les hypothèses de la modélisation par Approche Locale. À terme, ces travaux permettront d'affiner les bases physiques de la modélisation pour mieux prédire les variations de propriétés et en premier lieu la ténacité.

Partant d'un matériau homogène d'origine industrielle, 18 traitements thermiques différents ont été réalisés en faisant varier une par une la vitesse de refroidissement après austénitisation, ainsi que la température et la durée de revenu. Ces 18 microstructures ont été caractérisées en métallographie, en traction uniaxiale, en résilience et, pour certaines, en ténacité et en traction sur éprouvettes entaillées. Une campagne de fractographie systématique sur toutes les éprouvettes rompues dans le domaine fragile a été entreprise. Les résultats ont été analysés qualitativement et quantitativement : une typologie des sites d'amorçage, commune à toutes les microstructures et à tous les modes de sollicitation, a été déterminée. Les contraintes critiques de clivage de toutes microstructures ont été estimées par une méthode simplifiée exploitant les courbes de résilience instrumentée. Pour certaines microstructures sélectionnées, les contraintes critiques ont été étudiées avec plus de précision simultanément avec la nature et localisation du site d'amorçage en suivant la méthodologie de l'Approche Locale de la rupture. L'ensemble des données microstructurales, fractographiques et mécaniques obtenues nous ont permis, in fine, d'évaluer des liens possibles entre les grandeurs, à la fois macroscopiques et microscopiques, microstructurales et mécaniques.

Chapitre 1

Revue bibliographique

Objectifs

L'objectif de ce chapitre est de donner au lecteur un aperçu de l'état de l'art concernant les microstructures, la rupture fragile et sa modélisation dans le cas de composants forgés. Nous étudierons l'effet du traitement thermique sur ces différentes thématiques. On passera rapidement sur les modes de formation des différentes microstructures pour se concentrer sur leurs caractéristiques morphologiques, cristallographiques et leurs secondes phases associées. Que connaît-on de la microstructure, de la rupture fragile par clivage et de la relation entre les deux pour les aciers "de cuve" ?

Table des matières

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Conditions industrielles d'élaboration des pièces forgées | 6 |
| 2 | Microstructures et transformations des aciers de cuve | 7 |
| 2.1 | Notions générales | 7 |
| 2.1.1 | Modes de transformation | 8 |
| 2.1.2 | Relations d'orientation | 9 |
| 2.2 | Microstructures de décomposition de l'austénite | 19 |
| 2.2.1 | Ferrite proeutectoïde | 19 |
| 2.2.2 | Perlite | 21 |
| 2.2.3 | Martensite | 22 |
| 2.2.4 | Bainite | 24 |
| 2.3 | Revenu des microstructures à l'issue de la trempe | 46 |
| 2.3.1 | Revenu de la perlite et de la ferrite proeutectoïde | 47 |
| 2.3.2 | Revenu de la martensite | 47 |
| 2.3.3 | Revenu de la bainite | 48 |
| 3 | Rupture fragile transgranulaire par clivage | 59 |
| 3.1 | Comment évaluer la résistance à la rupture du matériau ? | 59 |
| 3.1.1 | Résilience | 60 |
| 3.1.2 | Ténacité | 60 |
| 3.1.3 | Enjeux de l'évaluation des propriétés à rupture | 61 |
| 3.2 | Description phénoménologique du mécanisme de rupture par clivage | 62 |
| 3.2.1 | Germination d'une microfissure | 63 |
| 3.2.2 | Propagation de la microfissure | 63 |
| 3.2.3 | Propagation à plus grande échelle, franchissement des barrières microstructurales | 65 |
| 3.3 | Rupture par clivage des aciers de cuve | 65 |
| 3.3.1 | Étape déterminante du clivage | 65 |
| 3.3.2 | Aspect des faciès de rupture | 66 |
| 3.3.3 | Amorçage de la rupture fragile | 69 |
| 3.3.4 | Propagation de la fissure dans les grains avoisinants | 72 |
| 3.3.5 | Transition ductile-fragile : effet de la température | 74 |
| 3.4 | Effet de la microstructure sur la résistance à la rupture fragile par clivage transgranulaire | 75 |
| 3.4.1 | Effet du type de microstructure | 75 |
| 3.4.2 | Effet de la désorientation | 76 |
| 3.4.3 | Effet de la taille de grain austénitique | 76 |
| 3.4.4 | Effet de la taille des éléments (paquets et blocs) de la structure bainitique | 77 |
| 3.4.5 | Effet des dimensions des constituants secondaires | 78 |

| | | |
|-------|--|----|
| 3.5 | Évolution des propriétés mécaniques en fonction des paramètres de traitement thermique | 78 |
| 3.5.1 | Évolution des propriétés en traction | 79 |
| 3.5.2 | Évolution des propriétés à rupture | 80 |
| 3.6 | Modélisation de la rupture fragile : Approches locales, traitements statistiques | 81 |
| 3.6.1 | Hypothèse du maillon le plus faible | 82 |
| 3.6.2 | Modèle de BEREMIN (1983) | 82 |

1 Conditions industrielles d'élaboration des pièces forgées

Les aciers utilisés pour les composants forgés sont des aciers, dits “de cuve”, de type 16 à 20MND5 (SA508 Gr.3 Cl.1 pour la dénomination ASTM). On donne dans le tableau 1.1 la composition typique de ce type d'acier pour les principaux éléments carburigènes, alphagènes et gammagènes. Ces aciers sont traités thermiquement de manière à obtenir le meilleur équilibre entre résistance et propriétés à rupture, généralement obtenu via une microstructure bainitique que nous décrirons en détail.

| Élément | C | Mn | Ni | Mo | Cr | Si |
|---------------------|-----|-----|-----|-----|------|------|
| Teneur massique (%) | 0.2 | 1.4 | 0.8 | 0.5 | 0.14 | 0.17 |

TABLE 1.1 – Composition typique d'un acier 16 - 20MND5

Dans les centrales nucléaires, les composants forgés, comme la cuve ou le générateur de vapeur, sont faits d'un assemblage de viroles. Ces viroles sont mises en forme par coulée d'un lingot, son forgeage et ses traitements thermiques. Ce processus est à l'origine d'hétérogénéités chimiques et microstructurales au sein de la pièce. En effet, lors de la solidification du lingot, il se forme des hétérogénéités chimiques appelées ségrégations. Ce sont des variations locales de la composition du matériau, en carbone comme en éléments d'alliage. Elles entraînent, lors des opérations qui suivent la solidification, des hétérogénéités microstructurales et donc des hétérogénéités de propriétés mécaniques. Par ailleurs, lors du traitement thermique de qualité, l'épaisseur importante des pièces, de 100 à 700 mm environ, entraîne l'apparition d'un gradient de vitesse de refroidissement suivant l'épaisseur lors de la trempe. Cette étape conduit alors à une pièce dont la microstructure varie suivant la position dans l'épaisseur. La pièce finale présente alors des hétérogénéités à différentes échelles qui rendent délicate l'évaluation de ses propriétés mécaniques. Plusieurs études sont en cours pour étudier l'effet des ségrégations chimiques sur les propriétés mécaniques, notamment à rupture dans le domaine fragile. L'objectif de la thèse est de relier la microstructure et certaines propriétés mécaniques, notamment à rupture dans le domaine fragile, afin de mieux appréhender le gradient de propriétés causé par la variation de la vitesse de refroidissement.

La première partie de ce chapitre s'attache donc à donner au lecteur un aperçu des microstructures que l'on peut trouver dans un gros composant forgé, à en donner les caractéristiques et à étudier l'effet du revenu sur ces microstructures. Nous étudierons les microstructures brutes de refroidissement (partie 2.2) et l'évolution de ces microstructures au fil du revenu (partie 2.3). On ne s'étendra pas sur les mécanismes de formation des microstructures car notre étude cherche à comprendre comment les microstructures, c'est-à-dire leurs caractéristiques, agissent sur le mécanisme de rupture fragile par clivage. Nous étudions un état microstructural donné sans chercher à savoir précisément comment cet état a été obtenu. Dans une deuxième partie, nous introduirons la notion de rupture fragile et son lien avec le traitement thermique et la microstructure.

2 Microstructures et transformations des aciers de cuve

Le traitement thermique de qualité (*TTQ*) de cet acier consiste, de manière simplifiée, en une austénitisation à environ 900 °C pendant plusieurs heures suivie d'une trempe à l'eau. La gamme de vitesses locales de refroidissement est cependant très large du fait de l'épaisseur importante des pièces forgées. Cette trempe est suivie d'un revenu qui consiste en un chauffage lent puis un maintien à environ 650 °C pendant plusieurs heures. On trouvera une représentation schématique du *TTQ* sur la figure 1.1.

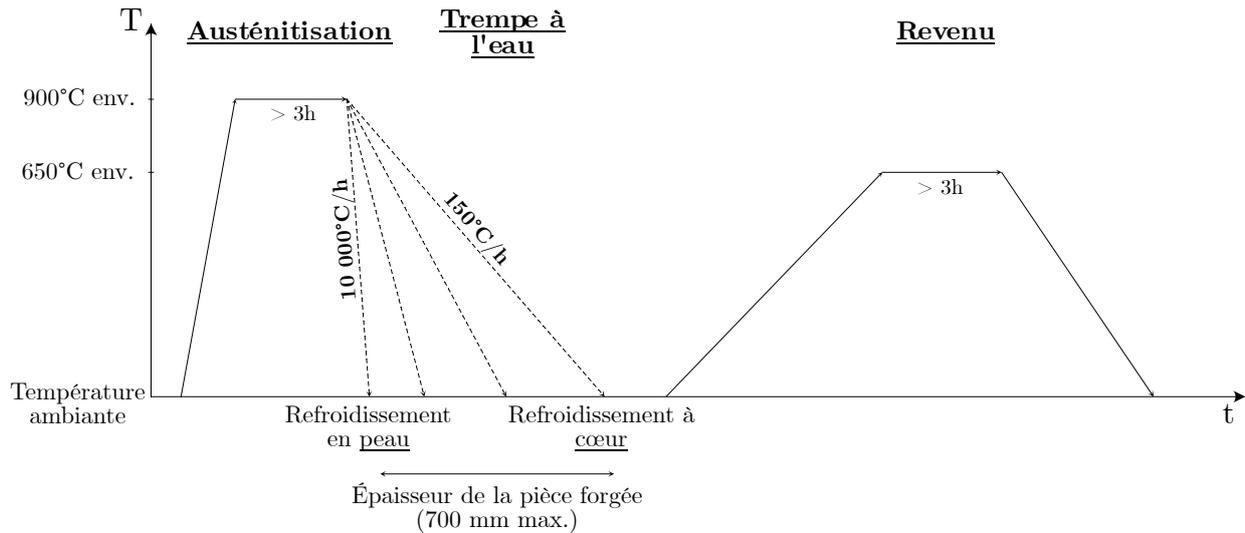


FIGURE 1.1 – Représentation schématique du *TTQ* dans une version simplifiée. Le *TTQ* industriel peut comporter plus d'étapes. Les vitesses indiquées correspondent à des cas extrêmes.

2.1 Notions générales

Nous présentons ici deux notions, le mode de transformation et les relations d'orientation, qui seront utiles tout au long du propos.

Il convient avant toute chose de définir certaines terminologies. En effet, certains termes couramment utilisés peuvent désigner à la fois une phase ou une microstructure ou un constituant de microstructure. La structure cubique centrée qui existe à température ambiante est désignée par la lettre α . Cette phase est également appelée ferrite mais ne doit pas être confondue avec la ferrite proeutectoïde ou encore la ferrite bainitique, qui sont des microstructures ou des constituants de microstructures. Elles ont une structure cubique centrée mais également une organisation morphologique et cristalline définie : il s'agit de phase α sous différentes formes d'organisation microstructurale. La phase γ , communément appelée austénite, est la structure cubique à faces centrées qui est stable à plus haute température (jusqu'à la fusion dans le cas du matériau d'étude). La phase θ correspond à la structure orthorhombique de la cémentite.

2.1.1 Modes de transformation

Il existe deux modes de transformation de l'austénite lors de son refroidissement : les transformations *diffusives* et les transformations *displacives* dont les modes de fonctionnement sont illustrés sur la figure 1.2.

- Une transformation *diffusive* implique la reconstruction d'une nouvelle phase par mouvement désordonné des atomes (diffusion). Les atomes traversent l'interface entre les deux phases en présence. La proportion de phase transformée dépend du temps et la transformation est activée thermiquement. Les constituants principaux qui se forment par ce mécanisme sont la ferrite proeutectoïde et la perlite.
- Une transformation *displacive* correspond à un mouvement coordonné et simultané d'un groupe d'atomes sur une courte distance avec un cisaillement en général important. Elle a lieu à des températures plus basses (en dessous de 400 °C environ pour les aciers de cuve) où la diffusion est lente ou ne peut avoir lieu. La transformation est une déformation à plan invariant, c'est-à-dire qu'il existe un plan laissé identique par la transformation. Le plan d'habitat est le plan d'interface entre les phases où celles-ci sont en général cohérentes ou semi-cohérentes. On suppose que le plan invariant de la transformation est identique au plan d'habitat. C'est une transformation rapide, il n'y a pas de mouvement d'atomes à travers l'interface dans un mécanisme purement displacif. La composition chimique de la phase qui se forme est donc la même que la phase mère. Les constituants principaux qui se forment via ce mécanisme sont la martensite et, selon certains, la ferrite de Widmanstätten et la bainite (BHADSHIA, 2015). La forme macroscopique de l'échantillon est modifiée par la transformation.

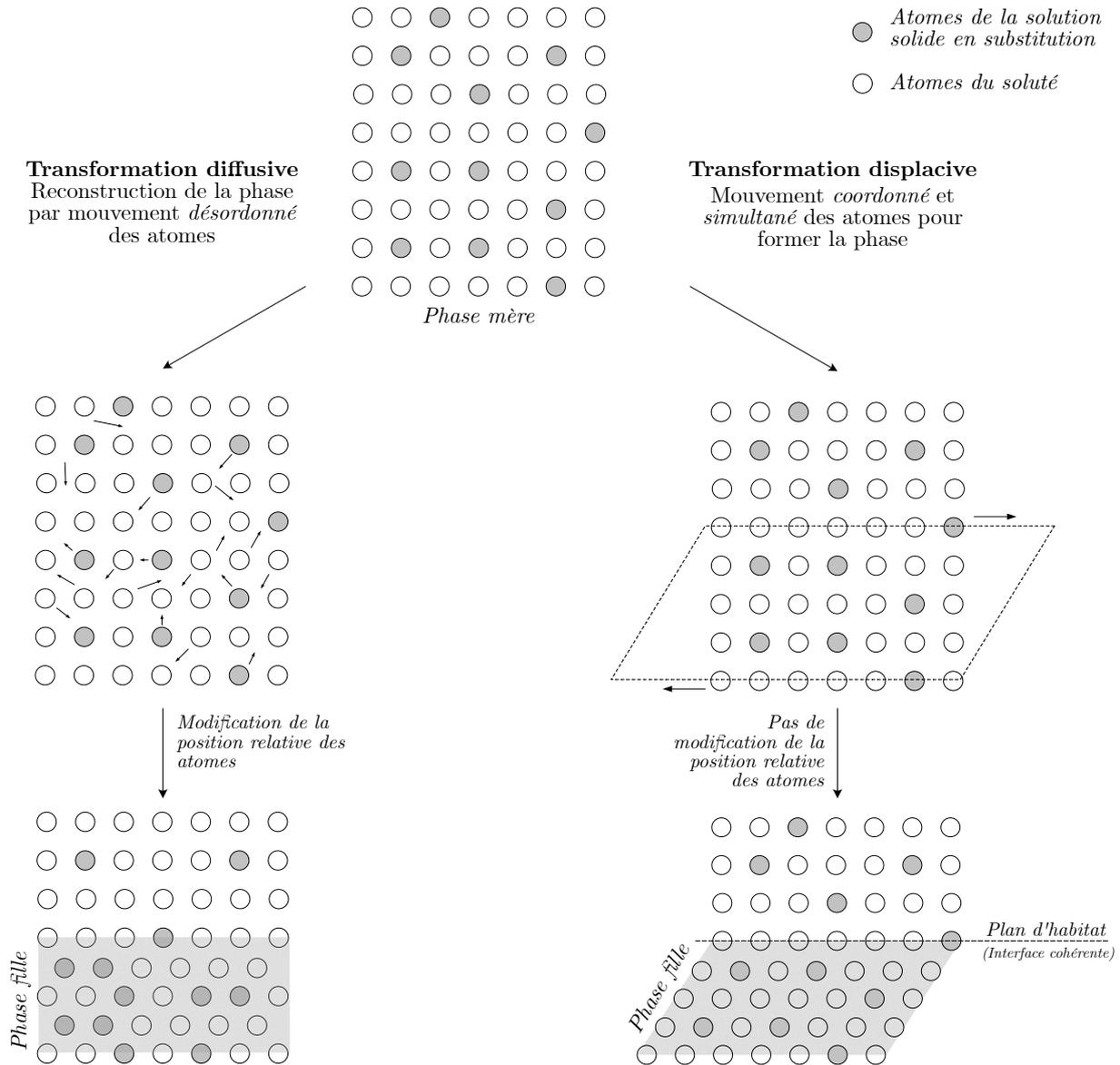


FIGURE 1.2 – Illustration schématique des deux modes de transformation observés lors de la décomposition de l’austénite. Les cercles gris représentent des atomes de la solution solide en substitution. Dans ce cas particulier, les deux phases présentent une interface cohérente avec la phase mère. On notera également que dans le cas d’une transformation diffusive, la croissance de la phase se fait par le déplacement d’une interface incohérente dans un grain voisin, comme pour la ferrite proeutectoïde par exemple. Ce mécanisme de croissance n’est pas représenté ici.

2.1.2 Relations d’orientation

Lors de leur transformation, les phases mères et les phases transformées sont orientées de manière spécifique les unes par rapport aux autres. Il est ainsi possible de décrire les orientations relatives des deux phases sous la forme d’une *relation d’orientation*. Ces relations d’orientation sont en général l’expression géométrique de la minimisation de l’énergie à l’interface entre les deux phases, ce qui permet la germination la plus facile de la phase fille. Du fait des symétries des structures cristallines de l’austénite, de la ferrite et des différents carbures rencontrés, il existe plusieurs orientations possibles des phases pour se conformer à la relation d’orientation.

Ces orientations possibles sont appelées *variants* de la relation d'orientation.

2.1.2.1 Relations d'orientation observées lors de la transformation de l'austénite en ferrite

Qu'elle soit issue d'une transformation diffusive ou displacive, la ferrite s'oriente de manière spécifique avec l'austénite mère ou avoisinante. On considère ici que la martensite donne une structure cubique centrée et non tétragonale. Cette hypothèse valable du fait de la faible teneur en carbone du matériau et des vitesses basses de refroidissement étudiées. Le taux de tétragonalité de la matrice, c'est-à-dire l'écart à une structure cubique peut être estimé à l'aide de l'équation 1.1 (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017 ; P. M. KELLY, 2012). En se basant sur la composition typique du tableau 1.1, on obtient $\frac{c}{a} = 1,009$, et ce, sans compter l'effet d'autorevenu durant le refroidissement.

$$\frac{c}{a} = 1 + 0,045 * \%C[\text{massique}] \quad (1.1)$$

Où a représente le paramètre de maille d'une structure cubique et c le deuxième paramètre de maille d'une structure tétragonale. Dans le cas des aciers, on dénombre trois relations d'orientation principales (GOURGUES, 2007) : les relations de Nishiyama-Wassermann (NW), de Greninger-Troiano (GT) et de Kurdjumov-Sachs (KS). Ces relations sont voisines de la relation de Bain et elles sont toutes les trois proches les unes des autres (le passage de la relation KS à la relation NW peut se faire par une rotation de $5,26^\circ$ autour d'un axe $\langle 111 \rangle_\gamma$). La transformation de Bain correspond à la transformation d'énergie minimale pour passer d'une structure cubique à faces centrées à une structure cubique centrée. Ces relations présentent toutes un parallélisme des plans denses entre la ferrite et l'austénite $(111)_\gamma // (101)_\alpha$. Pour les aciers de cuve, les microstructures ne suivent pas exactement une relation d'orientation fixe. L'origine de ce phénomène reste assez mal connue avec de nombreux mécanismes qui peuvent interagir comme : les contraintes résiduelles, des transformations après le changement microstructural, l'orientation de l'austénite mère, etc.

Relation de Bain Cette relation théorique (équation 1.2) n'est pas observée dans les aciers étudiés. Néanmoins, elle sert de base de compréhension pour les trois suivantes. Du fait des 24 éléments de symétrie de la structure cubique faces centrées de l'austénite, il existe 24 variants d'orientation possibles. Cependant, certaines de ces orientations sont confondues (8 par 8 dans le cas de la relation de Bain), ce qui laisse 3 variants d'orientation cristallines différents. On appelle "*Zone de Bain*" la zone autour (11° autour) de chacun de ces trois variants. Les relations d'orientation mentionnées plus haut sont proches de la relation de Bain dans le sens où tous leurs variants s'organisent autour des variants de la relation de Bain. Il est alors possible de regrouper ces variants en fonction de leur variant de Bain le plus proche, comme sur la figure 1.5, d'où la notion de *Zone de Bain*.

$$\begin{aligned} (111)_\gamma // (101)_\alpha \\ \langle 100 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha \end{aligned} \quad (1.2)$$

Relation de Nishiyama-Wassermann Dans les plans denses parallèles de chaque structure, une direction $\langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle_\gamma$ de l'austénite est parallèle à une direction $\langle 10\bar{1} \rangle_\alpha$ de la ferrite (équation 1.3). Il existe donc 12 variants possibles d'orientation de la ferrite par rapport à l'austénite (4 orientations possibles des plans denses, 3 directions de l'austénite possibles et 1 direction de la ferrite possible)(WASSERMANN, 1933; LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004). La figure 1.3 donne à voir la superposition des deux structures suivant cette relation d'orientation et la figure 1.5 donne la répartition des plans $\{100\}_\alpha$ dans le repère de l'ancien grain austénitique. La distribution de désorientations théoriques est donnée dans la figure 1.6.

$$\begin{aligned} & (111)_\gamma // (011)_\alpha \\ & [\bar{2}11]_\gamma // [0\bar{1}1]_\alpha \text{ ou } [\bar{1}01]_\gamma \text{ à } 5.26^\circ \text{ de } [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha \end{aligned} \quad (1.3)$$

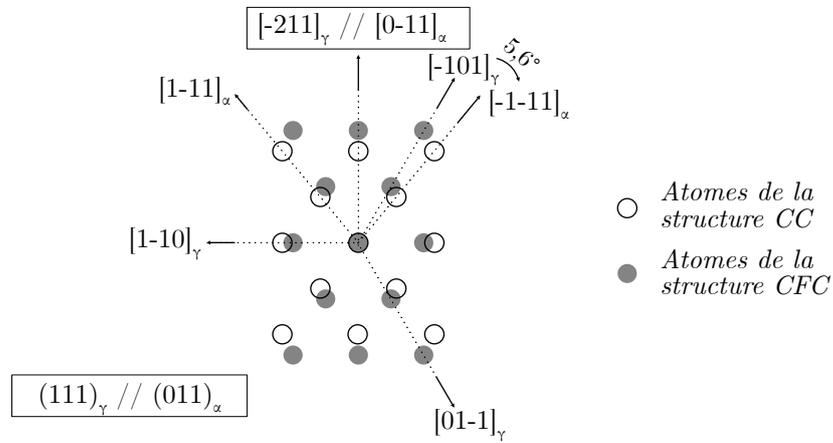


FIGURE 1.3 – Représentation de la relation d'orientation NW, les cercles représentent les atomes de la structure cubique centrée et les disques représentent les atomes de la structure cubique à faces centrées. D'après (DAHMEN, 1982).

Relation de Kurdjumov-Sachs Dans les plans denses parallèles de chaque structure, une direction dense de l'austénite $\langle 110 \rangle_\gamma$ est parallèle à une direction dense de la ferrite $\langle 111 \rangle_\alpha$ (équation 1.4). Il existe donc 24 variants possibles d'orientation de la ferrite par rapport à l'austénite (4 orientations possibles des plans denses, 3 directions denses de l'austénite possibles et deux directions denses de la ferrite possibles) (KURDJUMOV et al., 1930; LAMBERT-PERLADE, 2001). Le tableau 1.2 donne les caractéristiques des variants de cette relation d'orientation. La figure 1.4 donne à voir la superposition des deux structures suivant cette relation d'orientation et la figure 1.5 donne la répartition des plans $\{100\}_\alpha$ dans le repère de l'ancien grain austénitique. La distribution de désorientations théoriques est donnée dans la figure 1.6.

$$\begin{aligned} & (111)_\gamma // (011)_\alpha \\ & [\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha \text{ ou } [\bar{2}11]_\gamma \text{ à } 5.26^\circ \text{ de } [0\bar{1}1]_\alpha \end{aligned} \quad (1.4)$$

| Var. | Relation des plans denses | Directions | Désor. | Axe | Bain |
|------|--|--|--------|------------------------------|------|
| V1 | $(111)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$ | — | — | Z |
| V2 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 60,0 | $[0.577 \ 0.577 \ -0.577]$ | X |
| V3 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 60,0 | $[0.000 \ 0.707 \ 0.707]$ | Y |
| V4 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 10,5 | $[0.000 \ -0.707 \ -0.707]$ | Z |
| V5 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 60,0 | $[0.000 \ -0.707 \ -0.707]$ | X |
| V6 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 49,5 | $[0.000 \ 0.707 \ 0.707]$ | Y |
| V7 | $(111)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 49,5 | $[-0.577 \ -0.577 \ 0.577]$ | X |
| V8 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 10,5 | $[0.577 \ 0.577 \ -0.577]$ | Z |
| V9 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 50,5 | $[-0.615 \ 0.186 \ -0.767]$ | Y |
| V10 | | $[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 50,5 | $[-0.739 \ -0.462 \ 0.490]$ | X |
| V11 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 14,9 | $[0.933 \ 0.354 \ 0.065]$ | Z |
| V12 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 57,2 | $[-0.357 \ 0.603 \ 0.714]$ | Y |
| V13 | $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_\gamma // (011)_\alpha$ | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 14,9 | $[0.354 \ -0.933 \ -0.065]$ | Z |
| V14 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 50,5 | $[-0.490 \ 0.462 \ -0.739]$ | Y |
| V15 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 57,2 | $[-0.738 \ -0.246 \ 0.628]$ | X |
| V16 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 20,6 | $[0.659 \ -0.659 \ -0.363]$ | Z |
| V17 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 51,7 | $[-0.659 \ 0.363 \ -0.659]$ | Y |
| V18 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 47,1 | $[-0.719 \ -0.302 \ 0.626]$ | X |
| V19 | $(111)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 50,5 | $[-0.186 \ 0.767 \ 0.615]$ | Y |
| V20 | | $[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 57,2 | $[0.357 \ 0.714 \ -0.603]$ | X |
| V21 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 20,6 | $[0.955 \ 0.000 \ -0.296]$ | Z |
| V22 | | $[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 47,1 | $[-0.302 \ 0.626 \ 0.719]$ | Y |
| V23 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 57,2 | $[-0.246 \ -0.628 \ -0.738]$ | X |
| V24 | | $[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ | 21,1 | $[0.912 \ -0.410 \ 0.000]$ | Z |

TABLE 1.2 – Récapitulatif des variants de la relation KS (KITAHARA et al., 2006).

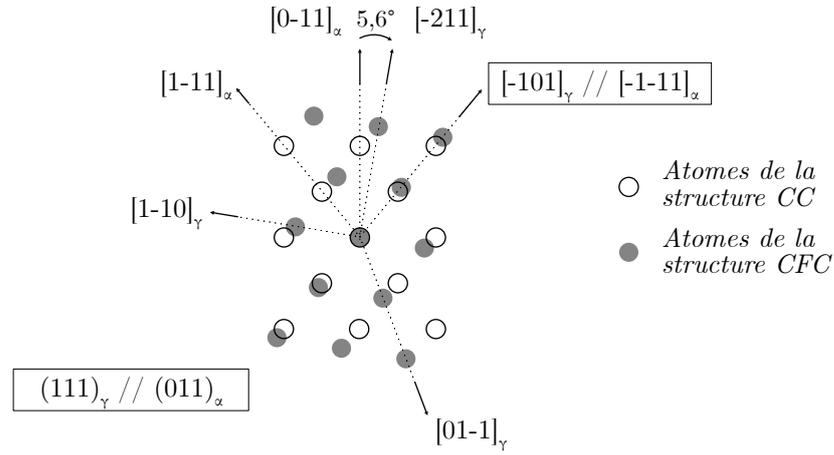


FIGURE 1.4 – Représentation de la relation d’orientation KS pour le variant V1 ($[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$), les cercles désignent les atomes de la structure cubique centrée et les disques les atomes de la structure cubique à faces centrées. D’après (DAHMEN, 1982).

Relation de Greninger-Troiano Cette relation d’orientation est une relation intermédiaire entre la relation KS et la relation NW (équation 1.5) ($[\bar{1}2\bar{1}]_{\gamma}$ à 2.5° environ de l’axe $[10\bar{1}]_{\alpha}$ contre 5.26° pour la relation KS) (GRENINGER et al., 1949; P. KELLY et al., 1990; SUN et al., 2021). On le voit notamment sur la figure 1.5 à la position des variants GT entre les variants KS et NW. On peut interpréter également l’écart inter-variants V1 – V4 de cette manière : l’écart est maximal pour la relation KS et minimal pour la relation NW (variants confondus) et l’écart pour la relation GT se trouve à mi-chemin.

$$\begin{aligned}
 & (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha} \\
 & [\bar{1}2\bar{1}]_{\gamma} \text{ à } 2.5^{\circ} \text{ de } [10\bar{1}]_{\alpha}
 \end{aligned} \tag{1.5}$$

| Var. | Plans denses | Directions | Désor. | Axe | Bain |
|------|--------------------------------------|--|--------|-------------------------|------|
| V1 | $(111)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[\bar{1}2\bar{5}17]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | — | — | Z |
| V2 | | $[17\bar{5}12]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 60,17 | $[-0.54, -0.64, 0.54]$ | X |
| V3 | | $[51712]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 60,00 | $[0, -0.71, -0.71]$ | Y |
| V4 | | $[5\bar{1}217]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 5,72 | $[0, 0.71, 0.71]$ | Z |
| V5 | | $[17\bar{1}2\bar{5}]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 60,00 | $[0, 0.71, 0.71]$ | X |
| V6 | | $[1217\bar{5}]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 54,28 | $[0, -0.71, -0.71]$ | Y |
| V7 | $(1\bar{1}1)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[\bar{1}7\bar{5}12]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 49,59 | $[0.6, 0.53, -0.6]$ | X |
| V8 | | $[12\bar{5}17]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 11,28 | $[-0.68, -0.68, 0.26]$ | Z |
| V9 | | $[12175]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 51,91 | $[0.65, -0.20, 0.74]$ | Y |
| V10 | | $[\bar{1}7\bar{1}25]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 50,18 | $[0.69, 0.47, -0.55]$ | X |
| V11 | | $[5\bar{1}217]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 14,10 | $[-0.85, -0.52, -0.06]$ | Z |
| V12 | | $[51712]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 57,52 | $[0.66, -0.19, 0.72]$ | Y |
| V13 | $(11\bar{1})_\gamma // (011)_\alpha$ | $[51217]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 14,10 | $[-0.52, 0.85, -0.06]$ | Z |
| V14 | | $[51712]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 50,18 | $[0.55, -0.47, 0.69]$ | Y |
| V15 | | $[17512]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 55,57 | $[0.71, 0.24, -0.66]$ | X |
| V16 | | $[12517]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 17,26 | $[-0.68, 0.68, 0.26]$ | Z |
| V17 | | $[12175]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 50,83 | $[0.64, -0.41, 0.64]$ | Y |
| V18 | | $[17125]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 50,03 | $[0.70, 0.26, -0.66]$ | X |
| V19 | $(\bar{1}11)_\gamma // (011)_\alpha$ | $[12175]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 51,91 | $[0.20, -0.74, -0.65]$ | Y |
| V20 | | $[\bar{1}712\bar{5}]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 57,52 | $[0.19, 0.72, 0.66]$ | X |
| V21 | | $[51217]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 19,81 | $[-0.98, 0, 0.17]$ | Z |
| V22 | | $[5\bar{1}712]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 50,03 | $[0.26, -0.66, -0.70]$ | Y |
| V23 | | $[\bar{1}7512]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 55,57 | $[0.24, 0.66, 0.71]$ | X |
| V24 | | $[12517]_\gamma // [\bar{7}17\bar{1}7]_\alpha$ | 19,95 | $[-0.97, 0.24, 0]$ | Z |

TABLE 1.3 – Récapitulatif des variants possible de la relation GT (Sun et al., 2021).

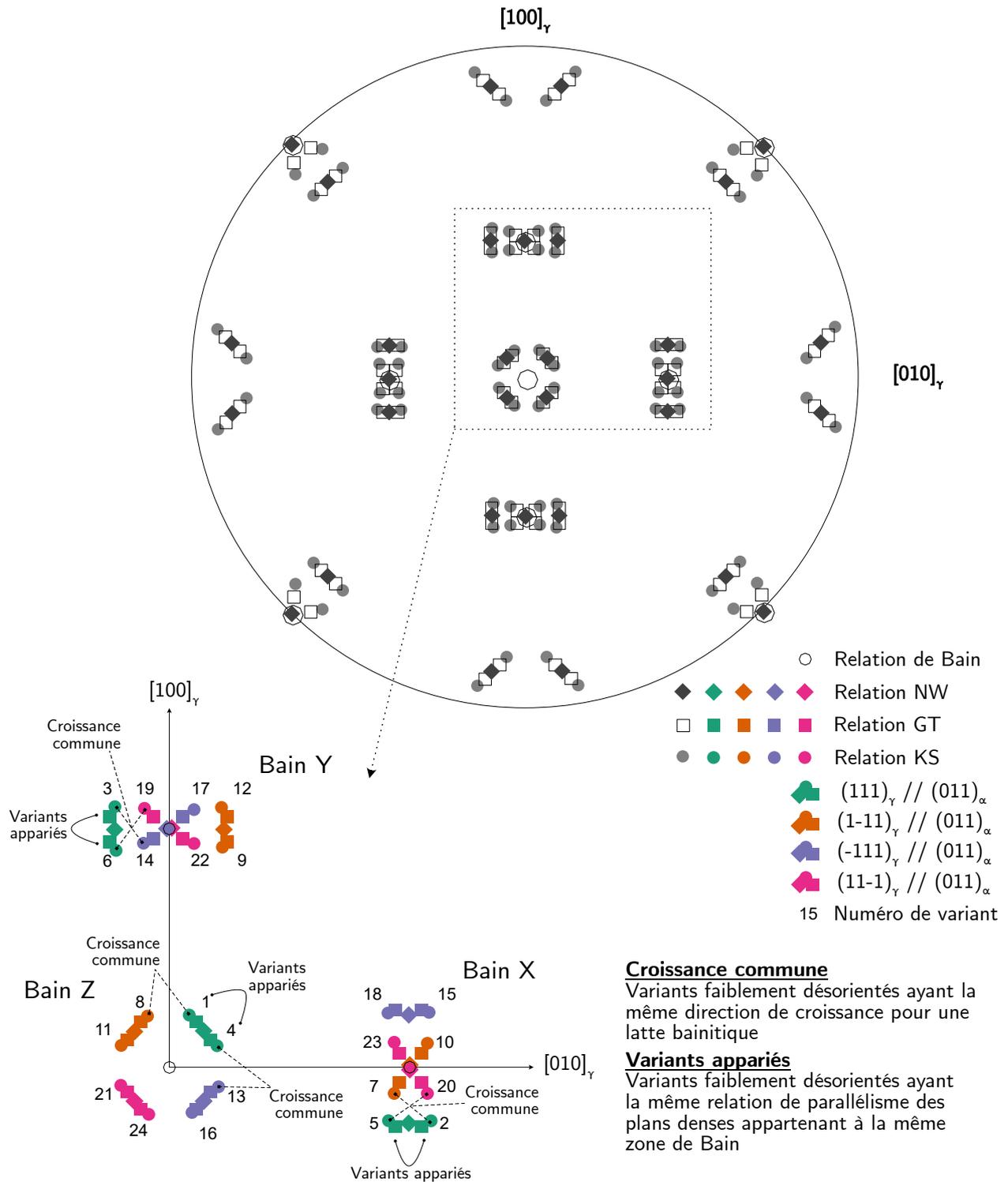


FIGURE 1.5 – Figure de pôles $\{100\}_\alpha$ des variants dans le repère de l'ancien grain austénitique pour les relations d'orientation de Bain, Kurdjumov-Sachs, Greninger-Troiano et Nishiyama-Wassermann. On notera la proximité des différents variants de chaque relation. Les numéros indiquent le numéro des variants pour les relations KS et GT.

Les variants peuvent être regroupés de différentes manières (KALWA et al., 1986). Ces groupements sont tous présentés sur la figure 1.5.

- Regroupement par zone de Bain commune.
- Regroupement par relation de parallélisme des plans denses commune.

- Regroupement par *variants appariés* : il s'agit de la paire de variants comportant la même relation de parallélisme des plans denses et appartenant à la même *zone de Bain*. Ils sont faiblement désorientés entre eux. Ils sont confondus pour la relation NW.
- Regroupement par direction de croissance commune. De même dans le cas d'une structure bainitique, deux variants peuvent présenter la même direction de croissance (direction d'allongement des lattes), nous pouvons alors regrouper ces variants deux à deux.

En considérant que les variants des trois relations d'orientation présentées sont équiprobables, nous pouvons tracer une représentation de la distribution de désorientations des grains de ferrite issus d'un unique grain d'austénite sur la figure 1.6 (GOURGUES et al., 2000). Pour obtenir cette représentation, nous avons considéré que tous les variants étaient équiprobables, la probabilité de trouver une désorientation x est alors de $p = \frac{n_{variants(x)}}{n_{total}}$. La densité de probabilité associée à ce variant peut être représentée par une distribution normale $x * \mathcal{N}(\mu = x, \sigma = 1^\circ)$. En appliquant ce raisonnement pour toutes les désorientations, il est possible de tracer une distribution de désorientation théorique associée à la relation d'orientation.

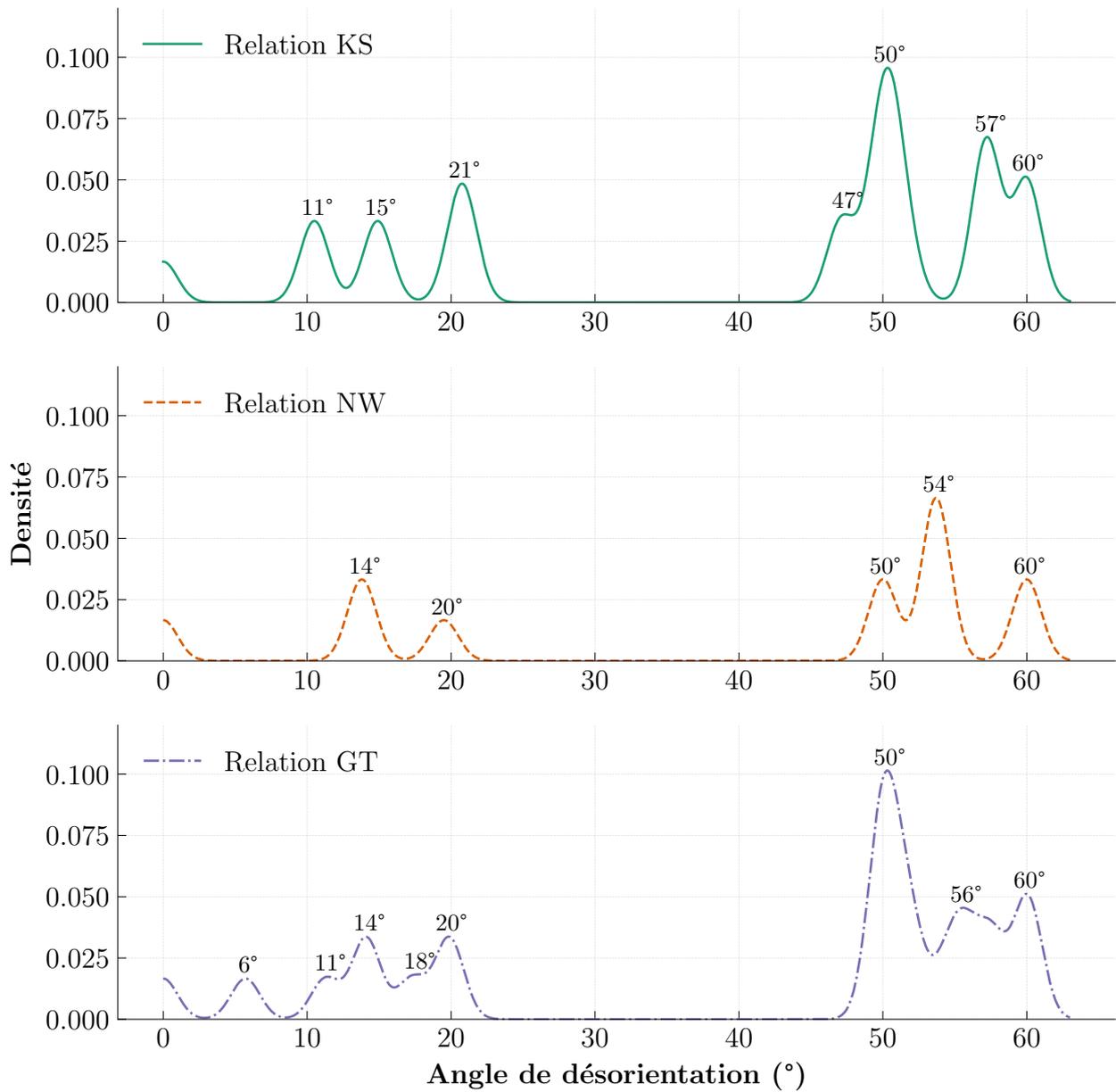


FIGURE 1.6 – Distribution des désorientations théoriques pour chaque relation d’orientation. D’après (GOURGUES et al., 2000)

Nous donnons également les différentes paires axe-angle possibles en fonction des relations d’orientation dans le tableau 1.7.

| KS/KS [124] | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|------|
| Angle (°) | 10.5 | 10.5 | 14.9 | 20.6 | 20.6 | 21.1 | 47.1 | 49.5 | 49.5 | 50.5 | 50.5 | 51.7 | 57.2 | 57.2 | 60 | 60 |
| Low index axis | 101 | 111 | 310 | 310 | 221 | 210 | 221 | 111 | 101 | 431 | 322 | 221 | 432 | 331 | 111 | 101 |
| Offset from axis (°) | 0 | 0 | 4.41 | 1.21 | 1.80 | 2.36 | 4.22 | 0 | 0 | 1.90 | 1.47 | 1.80 | 1.90 | 4.60 | 0 | 0 |
| NW/NW [124] | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Angle (°) | 13.8 | 19.5 | 50.0 | 53.7 | 60 | | | | | | | | | | | |
| Low index axis | 101 | 100 | 443 | 331 | 101 | | | | | | | | | | | |
| Offset from axis (°) | 3.45 | 3.45 | 0.13 | 0.76 | 0 | | | | | | | | | | | |
| KS/NW [124] | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Angle (°) | 5.25 | 11.8 | 17.2 | 20.2 | 48.6 | 49.7 | 50.9 | 52.1 | 54.7 | 55.7 | 58.8 | 60.2 | | | | |
| Low index axis | 101 | 421 | 321 | 411 | 331 | 433 | 432 | 331 | 101 | 431 | 331 | 433 | | | | |
| Offset from axis (°) | 0 | 3.00 | 1.48 | 5.14 | 1.60 | 1.89 | 3.61 | 4.89 | 0 | 3.08 | 1.44 | 2.80 | | | | |
| GT/GT | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Angle (°) | 5.72 | 11.3 | 14.1 | 17.3 | 19.8 | 19.9 | 49.6 | 50.0 | 50.2 | 50.8 | 51.9 | 54.3 | 55.6 | 57.5 | 60 | 60.2 |
| Low index axis | 101 | 331 | 320 | 331 | 410 | 401 | 111 | 331 | 433 | 332 | 331 | 101 | 331 | 441 | 101 | 433 |
| Offset from axis (°) | 0 | 1.61 | 4.21 | 1.76 | 4.39 | 0.43 | 3.31 | 2.60 | 3.46 | 0.94 | 3.88 | 0 | 2.24 | 2.87 | 0 | 3.25 |

FIGURE 1.7 – Paires axe-angle théoriques pour différentes relations d’orientation et combinaison de relation d’orientation. Les axes ont été approchés par des axes de faibles indices et le décalage entre cet axe et l’axe réel est donné. BENAROSCH (2021) d’après (GOURGUES et al., 2000)

2.1.2.2 Relations d’orientation entre les carbures et la matrice ferritique

Lors de leur précipitation, les carbures peuvent présenter une relation d’orientation avec la phase environnante. Les relations trouvées dans la littérature sont :

Relation de Pitsch-Petch (PITSCH, 1962)

$$\begin{aligned}
 (001)_\theta & // \{\bar{5}2\bar{1}\}_\alpha \\
 (010)_\theta & \text{ à } 2 - 3^\circ \text{ de } < 11\bar{3} >_\alpha \\
 (100)_\theta & \text{ à } 2 - 3^\circ \text{ de } < 131 >_\alpha
 \end{aligned} \tag{1.6}$$

Relation de Bagaryatski (BAGARYATSKI, 1950)

$$\begin{aligned}
 (001)_\theta & // \{211\}_\alpha \\
 (010)_\theta & // < 1\bar{1}\bar{1} >_\alpha \\
 (100)_\theta & // < 0\bar{1}1 >_\alpha
 \end{aligned} \tag{1.7}$$

Relation d’Isaichev (ISAICHEV, 1947) d’après (BHADESHIA, 2018)

$$\begin{aligned} & [100]_{\theta} // [1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha} \\ (031)_{\theta} & \text{ à } 1.5 - 3.8^{\circ} \text{ de } (101)_{\alpha} \end{aligned} \quad (1.8)$$

Relation de Jack (JACK, 1951)

$$\begin{aligned} & (101)_{\alpha} // (10\bar{1}1)_{\epsilon} \\ & (011)_{\alpha} // (0001)_{\epsilon} \\ & [11\bar{1}]_{\alpha} // [1\bar{2}10]_{\epsilon} \end{aligned} \quad (1.9)$$

2.2 Microstructures de décomposition de l'austénite

Le traitement thermique de qualité est l'un des derniers traitements thermiques que subit le composant. Il vise à donner les propriétés mécaniques désirées. De manière simplifiée, il consiste en une austénitisation à environ 850 °C – 900 °C pendant plusieurs heures. Le matériau est ensuite trempé à l'eau puis revenu. Cette section s'intéresse aux transformations qui s'opèrent lors de la trempe suite à l'austénitisation et aux microstructures qui en découlent.

Quatre types de microstructures peuvent se former lors de la trempe à l'eau d'un composant épais (citées ici par ordre croissant de vitesse de trempe, soit du cœur du composant à la peau) :

- Ferrite proeutectoïde
- Perlite
- Bainite
- Martensite.

Pour des raisons de clarté, nous présenterons cependant ces microstructures par type de transformation. En premier lieu, nous aborderons les transformations diffusives avec la ferrite proeutectoïde et la perlite, suivies de la transformation displacive avec la martensite pour finir avec la bainite qui présente des caractéristiques communes avec les deux types de transformations.

2.2.1 Ferrite proeutectoïde

Au cours d'un refroidissement lent (au cœur d'un composant très épais), la première microstructure à se former est la ferrite proeutectoïde. Cette microstructure est très préjudiciable en termes de propriétés mécaniques et à rupture du matériau. La ferrite proeutectoïde se forme lors d'un refroidissement lent entre la limite de stabilité de la phase α (Ae_1) et 500 °C environ. Cette microstructure est constituée de grains pauvres en carbone présentant une structure cristalline cubique centrée et dépourvus de carbures. En effet, comme le carbone est très faiblement soluble dans la phase α et que le refroidissement est lent, il diffuse hors des grains de ferrite proeutectoïde lors de leur formation et il n'y a donc pas ou peu de formation de carbures au sein des grains. On distingue en général deux grandes familles morphologiques de

ferrite proeutectoïde : la ferrite allotriomorphe et la ferrite idiomorphe (DUBÉ et al., 1958; THEWLIS, 2004; AARONSON, 1962).

- Ferrite allotriomorphe : les grains sont de forme polygonale ou en veines le long des anciens joints de grains austénitiques. On peut observer ce type de morphologie sur la figure 1.10. Chaque grain est orienté suivant la relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs (KS) avec au moins un grain d'austénite parent (KURDJUMOV et al., 1930; KING et al., 1975; PERELOMA et al., 2012b). Cependant, le grain de ferrite croît préférentiellement dans les autres grains austénitiques avec lesquels il est désorienté aléatoirement, il peut donc être difficile d'observer cette relation d'orientation. Cette croissance préférentielle se comprend par la plus grande mobilité des interfaces incohérentes (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017).
- Ferrite idiomorphe : elle apparaît au niveau de défauts ou d'inclusions au sein du grain austénitique sous forme de grains équiaxes grossiers ou d'aiguilles (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017; THEWLIS, 2004). Dans le cas d'aiguilles on peut parler de ferrite aciculaire. Ce type de ferrite conserve la relation d'orientation avec l'austénite. Compte tenu de la faible quantité d'inclusions observées, cette forme est moins susceptible d'apparaître dans le matériau de thèse. On notera par ailleurs que la ferrite aciculaire reste encore un sujet de débat, certains auteurs considérant qu'elle se forme suivant un mécanisme displacif.

On notera l'existence d'autres types de ferrite proeutectoïde comme la ferrite de Widmanstätten, mais ces microstructures ne sont pas communément observées dans les aciers de l'étude. Le schéma de la figure 1.8 illustre les différents types de microstructures de ferrite possibles. On pourra trouver un exemple de morphologie de ferrite proeutectoïde sur la figure 1.10. On notera que les grains polygonaux au sein d'un grain d'austénite dont la taille est bien supérieure à la microstructure avoisinante peuvent être attribués à de la ferrite allotriomorphe qui a été "sectionnée" par le plan de coupe. Ces grains forment d'ailleurs un type de ferrite à part entière dans la classification de Dubé et Aaronson (DUBÉ et al., 1958) sous le terme de « plaques intragranulaires ».

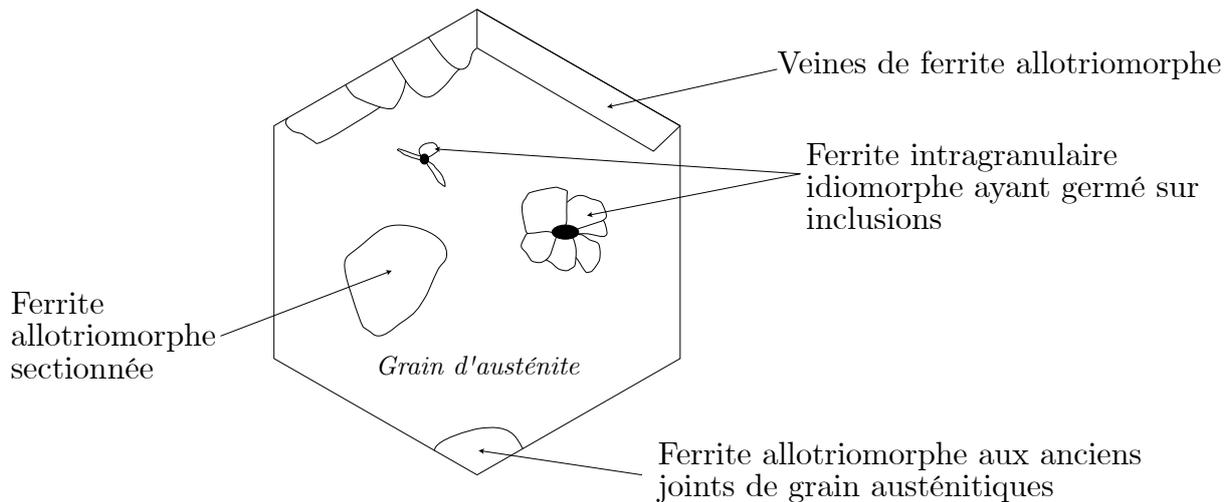


FIGURE 1.8 – Représentation schématique des différents types de ferrite proeutectoïde, d’après (THEWLIS, 2004).

2.2.2 Perlite

La perlite se forme à des vitesses de refroidissement très lentes (au moins inférieures à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour les aciers étudiés) après début de formation de la ferrite proeutectoïde. Elle bénéficie en effet de l’enrichissement de la matrice avoisinante en carbone pour se former. Cette microstructure peut présenter des propriétés très intéressantes du point de vue de la résistance mécanique, mais possède des propriétés à rupture (ténacité notamment) moindres (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017).

La perlite se présente comme un agrégat le plus souvent lamellaire de ferrite α et de cémentite Fe_3C issue de la décomposition de l’austénite par une réaction eutectoïde. Elle se forme par un mécanisme diffusif à partir des joints de grains austénitiques. Dans le cas des aciers bas carbone, la microstructure perlitique se forme en îlots. Plus la température de formation est basse, plus l’agrégat est fin (MURRY, 1998) au point de ne plus être résoluble au microscope optique (voir photo sur la figure 1.10). La figure 1.9 schématise la structure de la perlite.

Il n’y a pas de relation d’orientation particulière avec le grain d’austénite dans lequel la perlite croît (barrière de haute énergie), la ferrite de la perlite présente par contre une relation proche de la relation **KS** vis-à-vis de l’austénite adjacente. Plusieurs relations d’orientations possibles ont été identifiées entre la ferrite et la cémentite. La relation observée pour les aciers bas carbone est la **relation de Pitsch-Petch** (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017; DIPPENAAR et al., 1973).

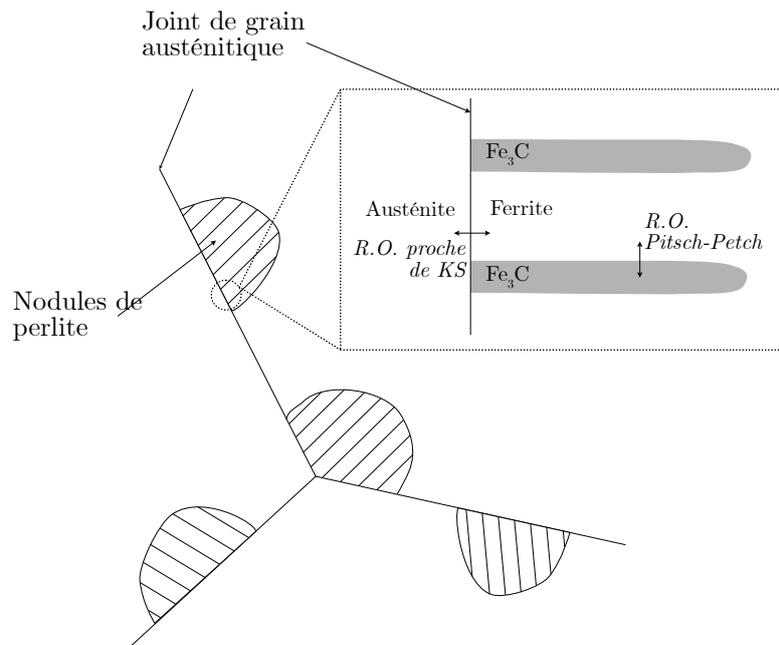


FIGURE 1.9 – Représentation schématique de la structure perlitique, d’après (PERELOMA et al., 2012a). (R. O. = Relation d’orientation).

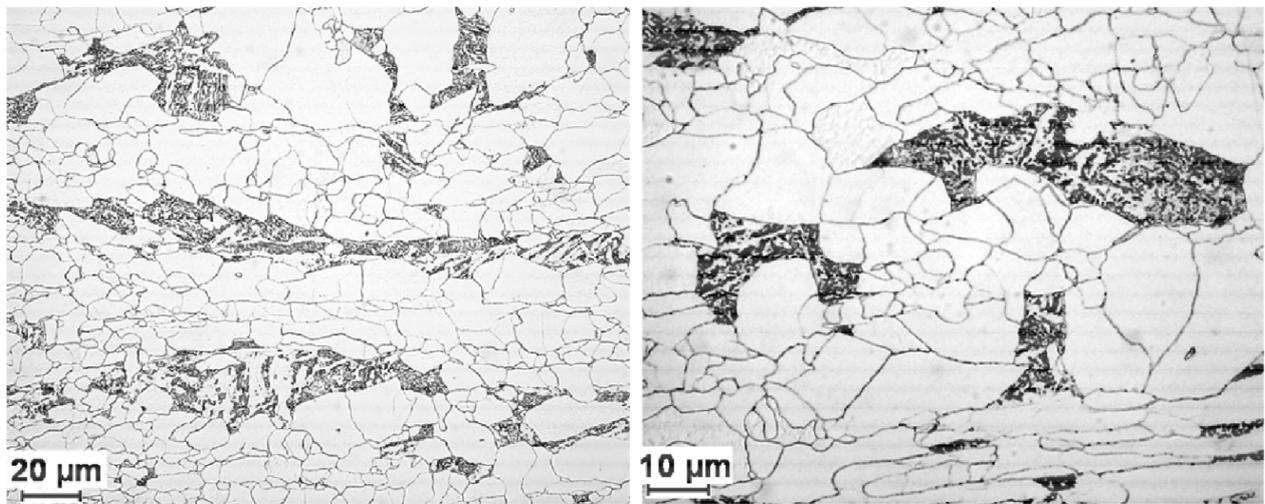


FIGURE 1.10 – Exemple de ferrite proeutectoïde et de perlite dans un acier faiblement allié laminé à chaud (acier E450). Les lamelles de perlite sont ici trop fines pour être résolues en microscopie optique (LUBIN, 2009).

2.2.3 Martensite

Se formant aux vitesses de refroidissement les plus élevées, la martensite est la microstructure qui se forme suivant un mécanisme purement displacif. Pour des vitesses de transformation élevées, la diffusion n’a pas le temps de se produire et l’austénite γ ne peut pas se transformer en ferrite α par un mécanisme diffusif. À partir de la température M_s (“Martensite Start”), la force motrice de transformation devient telle que les atomes du réseau cristallin vont se déplacer de manière coordonnée parallèlement à un plan fixe pour passer d’une structure cubique à faces

centrées à une structure tétragonale (voir figure 1.2). Cette structure correspond au réseau ferritique déformé par les atomes de carbone piégés en solution solide (du fait de l'absence de diffusion, les atomes ne peuvent pas s'échapper de la structure formée). Il se forme alors de fines lattes (dans le cas des aciers de cuve (George KRAUSS, 2005 ; MAKI et al., 1984)) de ferrite sursaturée, cette morphologie permettant de minimiser l'énergie de déformation. Dans le cadre d'un refroidissement continu, elle se forme à partir de la température donnée par l'équation 1.10 (w_X indique le pourcentage massique de l'élément X) (ANDREWS, 1956).

$$M_s[^\circ\text{C}] = 539 - 423w_C - 30.4w_{Mn} - 17.7w_{Ni} - 12.1w_{Cr} - 7.5w_{Mo} \quad (1.10)$$

Cette microstructure permet d'obtenir des propriétés mécaniques très élevées (R_m , Re), et de bonnes propriétés à rupture (résilience et ténacité) avec cependant une sensibilité au vieillissement plus importante que la bainite par exemple (Z. YANG et al., 2018). Selon les auteurs, la martensite qui se forme dans les aciers peut se présenter selon différentes morphologies : en lattes, aciculaire, en plaquettes, etc (BHADESHIA, 2015 ; S. MORITO, TANAKA et al., 2003 ; T. MAKI, 2012). Nous nous limiterons ici à la martensite en lattes qui est la forme rencontrée dans les conditions (composition chimique et température) étudiées. Cependant, certains constituants microstructuraux, comme les composés MA (paragraphe 2.2.4.2) peuvent contenir plus de 1 % de carbone, ce qui peut conduire à l'apparition d'une martensite en plaquettes. Le lecteur pourra se référer à (T. MAKI, 2012) pour plus de détails sur les autres morphologies de martensite. La martensite en lattes est présente surtout dans les aciers à moyen et bas carbone (teneur en carbone inférieure à 0,5 %). Elle est composée de paquets de lattes allongées et épaisses d'environ 0,3 μm au maximum. On peut observer un exemple de martensite brute de trempe du matériau de thèse sur la figure 1.11. Cette microstructure est très riche en dislocations (10×10^{11} - $10 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$) (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017), ce qui explique en partie sa très haute résistance. Du point de vue cristallographique, on considère souvent la martensite comme une solution sursaturée en carbone : en effet la solubilité du carbone dans l'austénite est d'environ 2 % tandis que celle dans la ferrite est au maximum d'environ 0,02 %, et la martensite formée a la même composition que l'austénite mère. La structure cristalline est une structure tétragonale centrée. Cette déformation anisotrope pour passer d'une forme cubique à une forme tétragonale est due à l'asymétrie de déformation causée par le carbone dans les sites octaédriques de la structure cubique centrée du fait de l'irrégularité de ces sites. Cependant, comme mentionné dans le paragraphe 2.1.2.1, le taux de tétragonalité de la structure est déjà très faible pour les aciers considérés sans prendre en compte aucun phénomène de diffusion du carbone. La martensite est orientée suivant les relations **KS**, **GT** ou **NW** (S. MORITO, HUANG et al., 2006 ; SUN et al., 2021 ; P. KELLY et al., 1990 ; KITAHARA et al., 2006). Morito distingue plusieurs échelles microstructurales dans la martensite en lattes pour les aciers jusqu'à 0,6 % de carbone (S. MORITO, TANAKA et al., 2003 ; S. MORITO, HUANG et al., 2006).

- Le grain austénitique est décomposé en paquets de lattes ayant le même plan d'habitat. On en dénombre donc 4 types qui correspondent aux 4 relations possibles de parallélisme des plans denses entre les structures CFC et CC.

- Chaque paquet est lui-même sous-divisé en blocs de lattes morphologiquement parallèles et allongées. Ces blocs sont fortement désorientés (60° suivant $[110]_{\alpha'}$ ou $[111]_{\gamma}$) les uns par rapport aux autres. On peut distinguer 3 types de blocs par paquet, qui sont observés par GOURGUES et al. (2000).
- Ces blocs sont formés de sous-blocs de lattes qui appartiennent au même variant d'orientation. Au sein d'un même bloc, on n'observe toujours que deux variants bien précis : une paire de variants faiblement désorientés entre eux ($10,5^\circ$ suivant $[110]_{\alpha'}$). À partir de 0,6 %, cette structure se simplifie et on observe simplement des blocs constitués de sous-blocs d'un seul type de variant.

La taille des éléments de la structure martensitique en lattes dépend, entre autres, de la teneur en carbone, de la vitesse de refroidissement et de la taille du grain austénitique. Quand la teneur en carbone augmente ou que la vitesse de refroidissement augmente, la microstructure dans son ensemble s'affine. La taille de grain austénitique n'a pas d'influence sur l'épaisseur des lattes tandis que la taille de paquets et de blocs change de la même manière que la taille de grains, jusqu'à voir une disparition de la structure de blocs (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO, MIYAMOTO et al., 2008; Tadashi MAKI et al., 1980; MORITO et al., 2005; SWARR et al., 1976).

Enfin, il est possible que toute l'austénite ne se transforme pas en martensite et que de l'austénite résiduelle existe à température ambiante, bien que l'on ne puisse pas trouver de références à ce sujet dans le cas des aciers de cuve.

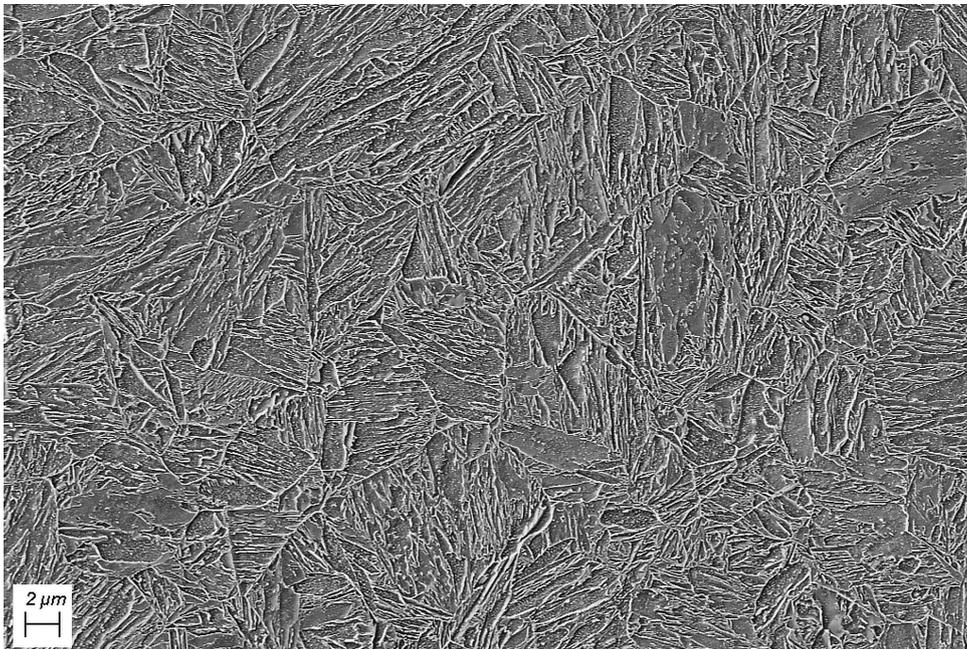


FIGURE 1.11 — Structure martensitique brute de trempe du matériau de thèse. Refroidissement à $100^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. Image aux électrons secondaires, attaque au Nital 2 %.

2.2.4 Bainite

La transformation bainitique, qui a lieu aux vitesses de refroidissement intermédiaires, semble impliquer à la fois un mécanisme displacif et diffusif. Le mécanisme de formation de la bainite

reste un sujet de controverse et ne sera pas abordé dans ce mémoire. Pour des transformations isothermes, la température de début de transformation B_s (“Bainite Start”) (en degré celsius) est définie de manière empirique par Y.-K. LEE (2002) en reprenant STEVEN (1956) par l’équation 1.11 suivante :

$$B_s = 745 - 110w_C - 59w_{Mn} - 106w_{Mo} - 68w_{Cr} - 39w_{Ni} + 17w_{Mn}w_{Ni} + 6w_{Cr}^2 + 29w_{Mo}^2 \quad (1.11)$$

Le tableau 1.4 donne le domaine de validité de cette estimation. Le matériau considéré répond aux critères de validité.

| | Composition chimique (% massique) | | | | | | N° de taille de grain (ASTM) | Taille de grain (μm) | B_s ($^{\circ}\text{C}$) |
|------|-----------------------------------|------|------|------|------|------|------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------|
| | C | Mn | Si | Ni | Cr | Mo | | | |
| min. | 0,10 | 0,26 | 0,13 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 12.0 | ≈ 8 | 391 |
| max. | 0,80 | 1,63 | 0,67 | 4,34 | 4,48 | 1,96 | 3.5 | ≈ 100 | 621 |

TABLE 1.4 – Domaine de validité de l’équation 1.11 (Y.-K. LEE, 2002).

Cette microstructure présente un bon équilibre entre résistance et ténacité avec un comportement intéressant au vieillissement, ce qui en fait un candidat idéal pour les composants forgés. Elle est constituée de deux composants : une phase ferritique et un constituant microstructural qui est le plus souvent la cémentite. La bainite peut se définir comme un agrégat non-lamellaire de ferrite et d’une seconde phase qui se forme par un mécanisme non coopératif (contrairement à la perlite) (SINGH, 2012 ; R. F. HEHEMANN, KINSMAN et al., 1972 ; BHADESHIA, 1980 ; DAVENPORT et al., 1970). Plus précisément, la bainite est constituée de plaquettes ou lattes de ferrite groupées en paquets. Cette structure est accompagnée d’un ou plusieurs constituants microstructuraux, généralement la cémentite. Certains auteurs observent que la ferrite peut être accompagnée d’autres constituants issus de la décomposition de l’austénite (Composé MA, Martensite, Perlite, ...) ou encore d’austénite résiduelle (ZAJAC et al., 2005 ; HELL, 2018). La nature et la répartition spatiale de ces secondes phases dépendent de la composition et du cycle thermique, notamment de la vitesse de refroidissement et jouent un rôle important sur les propriétés de la bainite. Nous présenterons d’abord les caractéristiques générales de la microstructure bainitique avant d’en étudier les différents types.

2.2.4.1 Ferrite bainitique

La ferrite bainitique est une structure multiéchelle dont nous présentons ici les constituants par taille croissante. Cette organisation est notamment similaire à celle décrite pour la martensite en lattes par Morito (S. MORITO, TANAKA et al., 2003 ; S. MORITO, HUANG et al., 2006) et présente une certaine continuité avec cette dernière. Nous présenterons à la fois les caractéristiques morphologiques et cristallographiques afin de donner une vision complète de

la structure de la ferrite bainitique. La ferrite bainitique est en général orientée par rapport à l'austénite suivant une relation d'orientation comprise entre les relations **NW** et **KS**. On notera qu'expérimentalement la relation n'est jamais exactement une relation de type **KS**, **NW** ou **GT** mais une relation approchée. De manière générale, la relation **GT** semble être la plus adaptée pour les aciers de cuve (DE-CASTRO et al., 2022). Elle est déclinée au travers de la structure multiéchelle de la bainite où il s'opère une sélection de certains variants, c'est-à-dire que la distribution des variants ne suit pas les distributions de variants équiprobables données dans la figure 1.6 mais que certains variants sont favorisés par rapport aux autres, qui se trouvent être groupés spatialement (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006; LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004; KAWATA et al., 2006; PANCHOLI et al., 2008). Cette description se place au sein d'un seul et même grain d'austénite parent. La présentation qui suit vaut surtout dans le cas des transformations isothermes. Nous aborderons les types de bainite formés sous refroidissement continu plus tard dans cette partie.

Sous-unité L'unité fondamentale de la ferrite bainitique serait un monocristal de ferrite appelée *sous-unité* (MORITANI et al., 2002; R. F. HEHEMANN et OBLAK, 1967; BHADESHIA, 1980; OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996; FURUHARA, 2012; OHTANI et al., 1990). L'observation de cette structure de la latte n'est possible que dans certains cas au MET. Ces sous-unités, en forme d'aiguilles ou de lattes fines, sont allongées dans la direction $[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$.

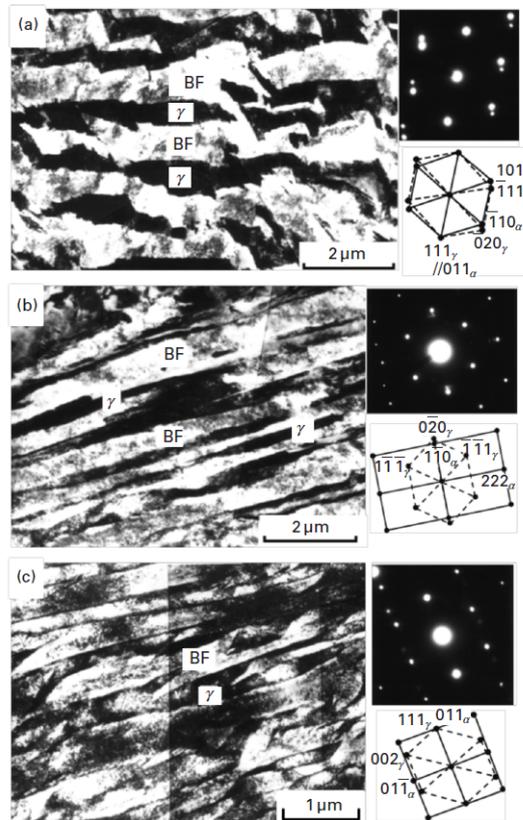


FIGURE 1.12 – Images MET en fond clair de la bainite ferritique formée à 450 °C suivant trois axes de zone : (a) $[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, (b) $[101]_{\gamma} // [112]_{\alpha}$, (c) $[110]_{\gamma} // [\bar{1}00]_{\alpha}$ (FURUHARA, 2012) d'après (MORITANI et al., 2002). BF = Ferrite Bainitique, γ = Austénite.

Latte À l'échelle supérieure, on trouve la *latte* ou la *plaquette* de ferrite bainitique qui serait un ensemble de *sous-unités* de même orientation qui auraient coalescé. Ces *sous-unités* ont toutes une même orientation cristalline commune. La structure en *lattes* ou en *plaquette* dépend de la résistance de l'austénite à la déformation plastique, de la teneur en carbone et de la température de formation, de manière similaire à la martensite (BHADESHIA, 2015). Morphologiquement, la plaquette présente une forme allongée dans deux directions de l'espace, c'est-à-dire sur un plan alors que la latte présente une forme allongée dans une direction de l'espace, les deux directions restantes étant différentes l'une de l'autre. Les aciers bas-carbone, dont les aciers de cuve font partie, ont tendance à présenter une structure en lattes plutôt qu'une structure en plaquettes (OHTANI et al., 1990). De ce fait, nous traiterons surtout du cas de la bainite en lattes dans la suite de l'exposé.

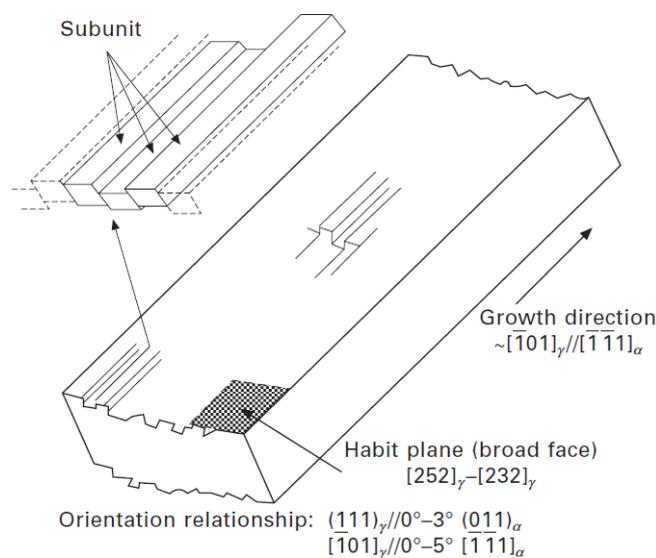


FIGURE 1.13 – Schéma de la structure d'une latte de bainite. La latte résulte de la coalescence des sous-unités. (FURUHARA, 2012) d'après (MORITANI et al., 2002).

Sous-bloc Les lattes voisines ont la même orientation cristalline. Il est ainsi possible de regrouper les lattes contiguës de même orientation en *sous-blocs*. Cette orientation commune correspond à l'un des *variants d'orientation* de la relation (approchée) suivie par la ferrite bainitique par rapport à l'austénite parente. On peut retrouver la liste des variants pour les relations **KS** et **GT** dans les tableaux 1.2 et 1.3. En fonction de la relation d'orientation, il existe donc un nombre fini de sous-blocs possibles. Dans le cas des relations mentionnées, il existe donc 24 sous-blocs différents. Cette représentation reste une simplification de la réalité : d'une part, les lattes n'ont pas exactement la même orientation. Lambert-Perlade et Kim observent une désorientation faible, mais notable entre les lattes, entre $0,5^\circ$ et $9,5^\circ$ (LAMBERT-PERLADE, 2001) ou entre $0,5^\circ$ et $6,3^\circ$ (M.-C. KIM, JUN OH et al., 2000). D'autre part, la bainite ne suit pas exactement une relation d'orientation définie et la définition des variants peut donc varier légèrement d'un sous-bloc à un autre.

Bloc Les *blocs* sont des regroupements de sous-blocs contigus dont les variants correspondants sont faiblement désorientés. Pour les températures de transformations hautes, il s'agit

plutôt de variants faiblement désorientés appartenant à la même zone de Bain (LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004). Ceci inclut notamment les variants présentant la même direction de croissance. Pour les températures de transformations basses, ces variants sont plutôt des *variants appariés*, c'est-à-dire une paire de variants d'orientation présentant la même relation de parallélisme des plans denses et faiblement désorientés l'un par rapport à l'autre. La figure de pôles sur la figure 1.5 représente ces paires de variants. Par exemple, les paires de variants pour la relation KS pour $(111)_\gamma // (011)_\alpha$ sont : $V1 - V4$ (Zone de Bain Z), $V2 - V5$ (Zone de Bain X) et $V3 - V6$ (Zone de Bain Y) (Cf. tableau 1.2 et figure 1.5).

Paquet Ces *blocs* ou *sous-blocs* sont eux-mêmes regroupés en *paquets*. La définition du paquet bainitique comporte plusieurs aspects, à la fois cristallographique et morphologique et qui dépend de la température de transformation. D'un point de vue cristallographique, le paquet peut se définir comme un ensemble de *blocs* ou de *sous-blocs* contigus dont les variants présentent une caractéristique commune. Cette caractéristique peut être d'appartenir à la même zone de Bain (caractéristique aux hautes températures de formation) où d'avoir la même relation de parallélisme des plans denses (caractéristique aux basses températures de formation). Morphologiquement, dans le plan de coupe, on peut définir le paquet comme un ensemble de lattes contiguës allongées dans une même direction. En trois dimensions, les paquets bainitiques ont une forme de ruban irrégulier. En deux dimensions, dans le plan de coupe, ils ont en général une forme de coin : ils sont plus épais au niveau du site de germination et s'amincissent au fur et à mesure de leur croissance dans le grain. Ils seraient toujours restreints à un grain austénitique et ne traverseraient pas les joints. La reconstruction de grain austénitique sur les microstructures reste cependant difficile et les résultats obtenus posent la question de la validité de ce phénomène. Au sein d'un même paquet, les lattes ont la même dimension. Leur épaisseur est principalement gouvernée par : la force motrice qui augmente le taux de germination de la ferrite et réduit de fait la place disponible pour chaque latte, la résistance de l'austénite dont la déformation plastique s'oppose à l'avancée de l'interface notamment au travers du réseau de dislocations qui se forme au cours de la transformation. Furuhara, Lambert et d'autres auteurs ont étudié l'organisation cristalline du *paquet* bainitique (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006 ; LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004 ; LAMBERT-PERLADE, 2001 ; FURUHARA, KAWATA, S. MORITO, MIYAMOTO et al., 2008 ; TAKAYAMA et al., 2012 ; GOURGUES et al., 2000 ; PANCHOLI et al., 2008 ; KAWATA et al., 2006). Ils ont observé que la distribution des variants dans le grain austénitique ne suit pas la distribution théorique associée aux relations d'orientation. Les variants se regroupent en des structures schématisées sur la figure 1.19. Nous décrivons ici l'organisation cristalline du paquet telle qu'observée par Furuhara, Takayama et Lambert par ordre décroissant de température de transformation. Cette organisation dépend de la température de formation et de la teneur en carbone mais aussi de la taille de grain austénitique, comme le relève Morito (MORITO et al., 2005) pour une étude sur la martensite en lattes.

— Pour les hautes températures (580 °C dans l'étude de Takayama¹ et 450 °C pour l'étude

1. Acier 0.15C-1.5Mn-0.2Si (massique), austénitisé à 1200 °C pendant 10 min, maintenu à 580 °C pendant 5 h puis trempé à l'eau (TAKAYAMA et al., 2012).

de Furuwara²), le paquet et le bloc sont confondus. Le paquet est un ensemble d'au moins deux sous-blocs dont les variants appartiennent à la même zone de Bain. Les variants appariés et ayant la même direction de croissance semblent être favorisés (V_4 et V_8 pour le variant V_1 , voir figures 1.18 et 1.16). Cette organisation peut présenter une morphologie particulière où les lattes des sous-blocs sont fortement entrelacées qui peuvent aller jusqu'à présenter une morphologie "granulaire" (figure 1.18 image (a)). La figure 1.14 et la figure 1.17 illustrent cette morphologie et la figure 1.15 donne un exemple d'analyse de l'orientation des *sous-blocs* dans un paquet. Cette structure a été observée par de nombreux auteurs (S. MORITO, PHAM et al., 2015; HACKENBERG, 2002; S. KANG et al., 2016; OHMORI, Y.-C. JUNG et al., 2001; S. K. LIU et G. Y. ZHANG, 1990; S. K. LIU, L. YANG et al., 1994; TAKAYAMA et al., 2012). Cette structure est à l'origine d'une forte densité de joints faiblement désorientés (figure 1.18).

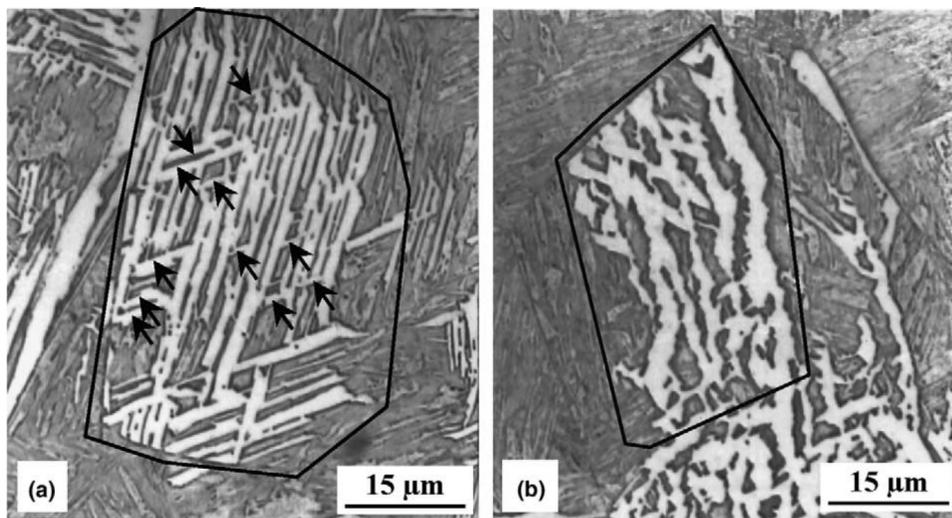


FIGURE 1.14 – Images en microscopie optique de microstructures partiellement transformées attaquées au métabisulfite de sodium à 1 %. La zone grise correspond à de la martensite. Image (a) : Acier³ refroidi en 25 s entre 800 °C et 500 °C. Image (b) : Acier³ refroidi en 120 s entre 800 °C et 500 °C. Les flèches noires indiquent le groupe de sous-blocs parallèles. (LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004).

2. Aciers 9Ni-0.15C, 9Ni-0.3C, et 9Ni-0.5C, austénitisé à 1200 °C pendant 15 min, maintenu à 450 °C pendant plusieurs heures puis trempé à l'eau (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006).

3. 0.07C-0.32Si-1.5Mn-0.16Cu-0.12Mo-0.014Nb-0.002V (massique) chauffé à 520 °C · s⁻¹ jusqu'à 1250 °C

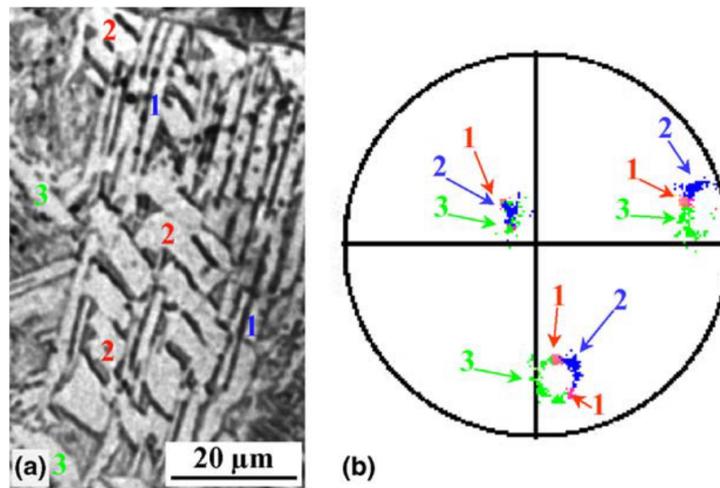


FIGURE 1.15 – Image (a) : Autre zone de la microstructure de la photo (a) sur la figure 1.14. Image (b) : Figure de pôles $\{100\}_\alpha$ montrant l’orientation des sous-blocs non parallèles (1,2 et 3). On remarque qu’ils appartiennent tous à la même zone de Bain. (LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004)

- La bainite de type B où le *paquet* est divisé en *blocs* où chaque *bloc* contient deux types de *sous-blocs* dont les variants sont faiblement désorientés (*variants appariés*). Il existe $3 \times 2 = 6$ variants au sein du paquet. Ce type de bainite se forme aux températures intermédiaires (400 °C dans l’étude de Furuha⁴).
- La bainite de type C où le *paquet* est composé de *sous-blocs* de lattes d’un seul variant cristallographique. Il existe 6×1 variants au sein du paquet. Ce type de bainite se forme à basse température (350 °C dans l’étude de Furuha⁵). Cette structure est à l’origine d’une forte densité de joints fortement désorientés (figure 1.18). Elle est également observée par SUIKKANEN et al. (2013) où l’acier⁶ étudié suit la relation d’orientation NW.

4. Aciers 9Ni-0.15C, 9Ni-0.3C, et 9Ni-0.5C, austénitisé à 1200 °C pendant 15 min, maintenu à 400 °C pendant plusieurs heures puis trempé à l’eau (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006)

5. Aciers 9Ni-0.15C, 9Ni-0.3C, et 9Ni-0.5C, austénitisé à 1200 °C pendant 15 min, maintenu à 350 °C pendant plusieurs heures puis trempé à l’eau (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006)

6. Acier 0.2C-2.0Mn-1.5Si-0.6Cr, et 9Ni-0.5C, austénitisé à 1150 °C pendant 2 min, maintenu à 450 °C pendant 30 min puis trempé à l’eau.

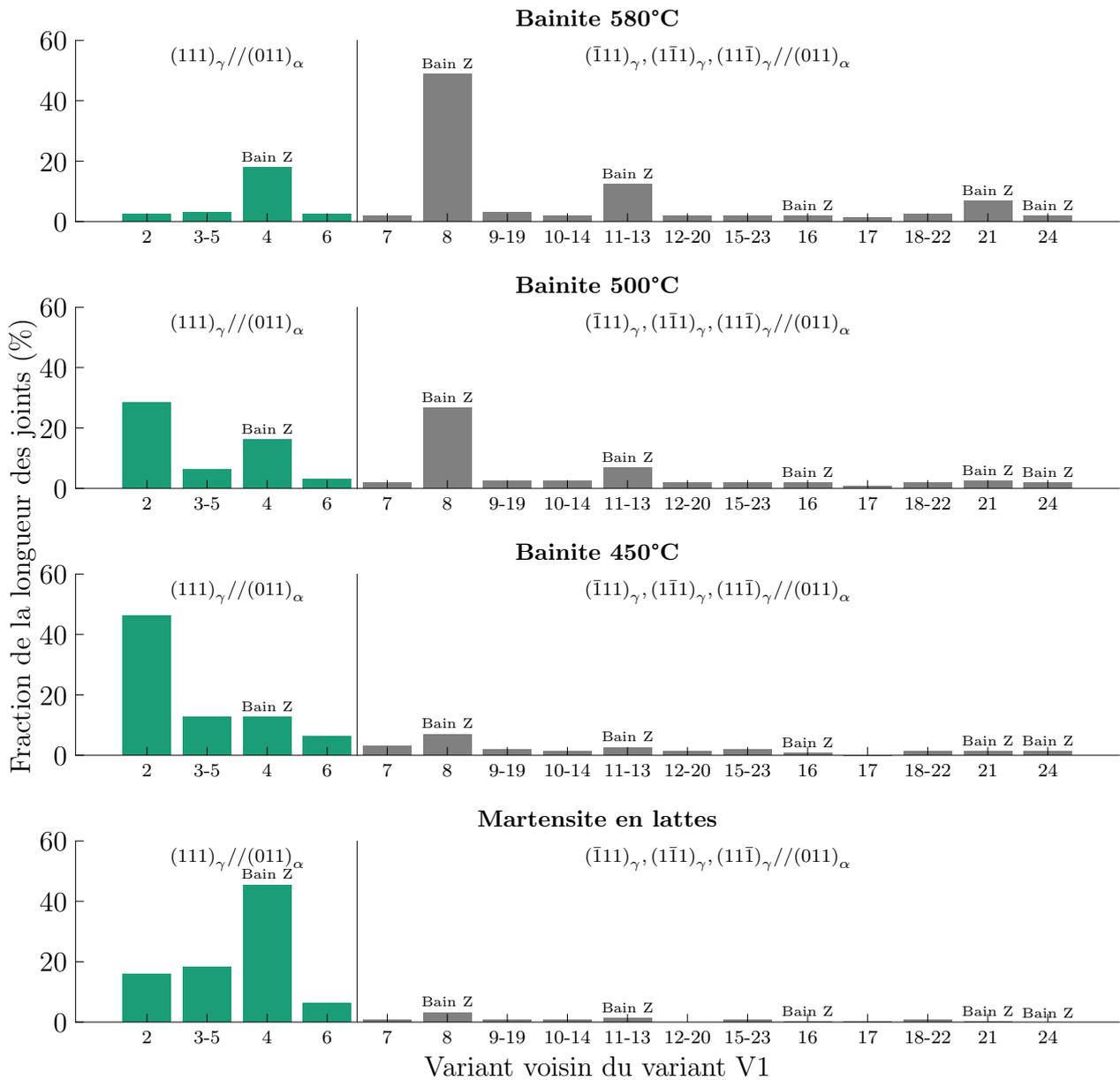


FIGURE 1.16 – Évolution de la fraction du type de joints V1 - VX en fonction de la microstructure. Cette distribution est basée sur l'étude d'une surface de $200 \times 400 \mu\text{m}^2$. Certains variants ne sont pas discernables et sont donc classés ensemble. Acier 0.15C-1.5Mn-0.2Si (massique), austénitisé à 1200°C pendant 10 min, maintenu à une température donnée pendant 5 h puis trempé à l'eau (TAKAYAMA et al., 2012).

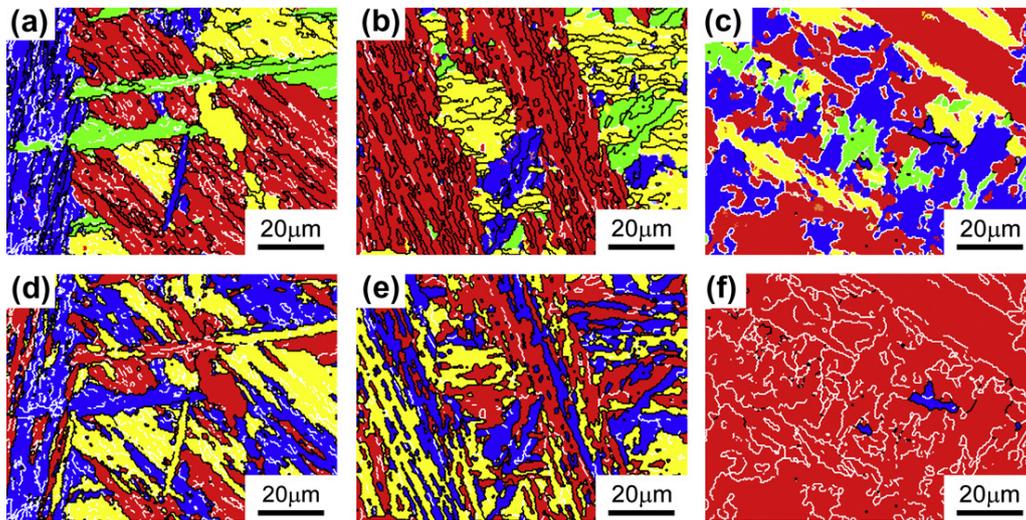


FIGURE 1.17 – Cartographies des plans denses parallèles de la (a) martensite en lattes, (b) bainite formée à 450 °C, (c) bainite formée à 580 °C, et (d-f) cartographies des zones de Bain des images (a-c). Les lignes noires représentent les joints fortement désorientés ($>15^\circ$) et les lignes blanches les joints faiblement désorientés ($>5^\circ$ et $<15^\circ$) (TAKAYAMA et al., 2012). Acier 0.15C-1.5Mn-0.2Si (massique), austénitisé à 1200 °C pendant 10 min, maintenu à différentes températures pendant 5 h puis trempé à l'eau.

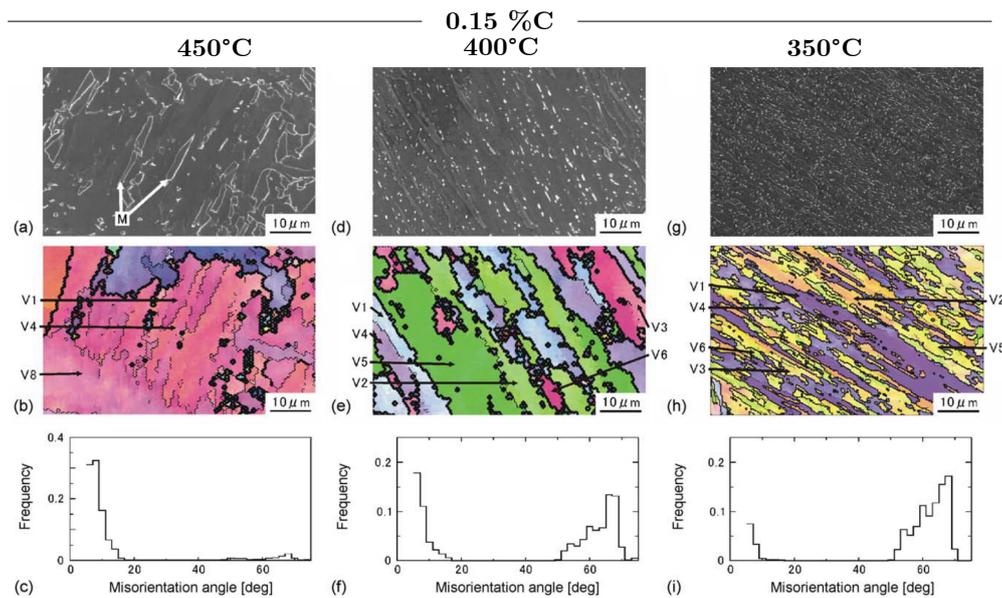


FIGURE 1.18 – Évolution de la microstructure, de l'organisation cristalline des lattes et de la distribution de désorientation en fonction de la température de formation. Taille de grains de 370 μm (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006). Aciers 9Ni-0.15C, 9Ni-0.3C, et 9Ni-0.5C, austénitisés à 1200 °C pendant 15 min, maintenus à la température indiquée sur la figure pendant plusieurs heures puis trempés à l'eau.

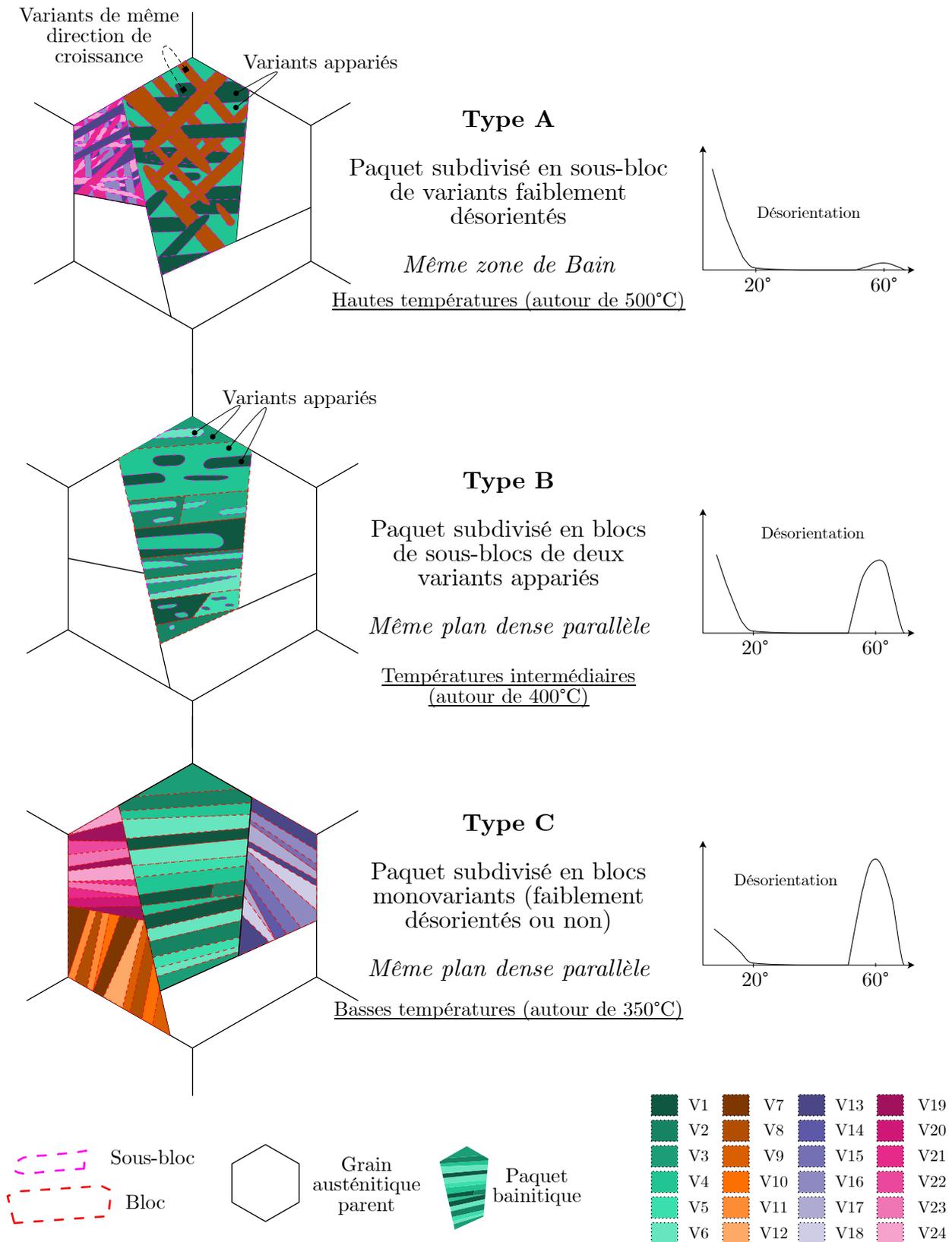


FIGURE 1.19 – Schéma de la structure de la bainite et de ses organisations possibles. Les blocs et les sous-blocs sont constitués de lattes de même orientation morphologique. D’après (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006).

La figure 1.19 schématise ces trois types d’organisation du paquet bainitique. Par ailleurs, une augmentation de la teneur en carbone favorise l’apparition du type B pour les températures de

transformation intermédiaires et basses (FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006).

La relation entre les entités morphologiques observées en microscopie et les entités « cristallines » telles que les paquets, blocs et sous-blocs, plutôt observées en EBSD, n'est pas univoque (LAMBERT-PERLADE, 2001 ; GOURGUES et al., 2000 ; HAUSILD, 2002 ; NOHAVA et al., 2003). Lambert-Perlade relève ainsi, en étudiant des microstructures bainitiques supérieures, que des lattes en relation de macle ou approchant peuvent partager le même plan d'habitat et donc se grouper par paquets, ceci pouvant causer une différence entre les entités morphologiques et les entités cristallographiques observées. Gourgues relève également la difficulté de pouvoir mettre en relation le paquet morphologique observé en métallographie avec le paquet cristallographique observé sur les cartographies EBSD.

2.2.4.2 Constituants secondaires de la bainite

La ferrite bainitique est accompagnée d'une seconde phase dont la nature, la morphologie et la répartition varient grandement.

Répartition spatiale Trois grandes familles de répartition de constituants secondaires bainitiques ont été observées (MEHL, 1939 ; BRAMFITT et al., 1990 ; ZAJAC et al., 2005 ; THEWLIS, 2004 ; OHTANI et al., 1990).

- Constituant interlatte : sous forme de précipités ou de films entre les lattes de ferrite bainitique.
- Constituant intralatte : au sein des lattes de ferrite, généralement avec une morphologie de petite dimension.
- Constituant en îlots : îlots de taille plus ou moins importante entre les paquets de bainite.

Nature des constituants secondaires Historiquement, la cémentite est le premier constituant observé dans la bainite. Elle peut se situer entre les lattes de ferrite (cémentite interlatte) ou au sein des lattes (cémentite intralatte) (MEHL, 1939 ; BRAMFITT et al., 1990 ; ZAJAC et al., 2005 ; OHTANI et al., 1990). La cémentite interlatte précipite à partir de l'interface austénite-ferrite dans l'austénite. Ceci est causé par l'enrichissement en carbone de l'austénite suite à la formation de ferrite qui rejette le carbone en solution dans l'austénite. Elle présente une morphologie particulière, orientée entre 55 et 60° environ par rapport à l'axe de la latte de ferrite. Le mécanisme de précipitation de la cémentite intralatte reste un sujet encore non résolu : certaines théories proposent une précipitation à partir de la ferrite sursaturée en carbone à des températures ou pour des vitesses de refroidissement où le carbone ne diffuse plus assez pour être évacué (BHADESHIA, 2015), d'autres proposent une germination au niveau des joints des sous-unités pour être ensuite englobé dans la latte lors de leur coalescence (OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996 ; SPANOS et al., 1990). Ohmori note que les cémentites interlatte et intralatte présentent les mêmes relations d'orientation avec l'austénite parente et la ferrite bainitique (OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996) : les cémentites interlatte et intralatte présentent une relation d'orientation de Pitsch avec l'austénite parente (BHADESHIA, 2015 ;

OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996). Pour la relation entre la cémentite et la ferrite bainitique, Ohmori trouve une relation d'Isaichev entre la ferrite bainitique et la cémentite intralatte (Y. OHMORI, 1971 ; OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996 ; ISAICHEV, 1947) tandis que Shackleton et Kelly observent une relation d'orientation de Bagaryatski (SHACKLETON et al., 1965 ; BAGARYATSKI, 1950). Bhadeshia souligne cependant que compte tenu de la proximité entre les relations de Bagaryatski et Isaichev, la distinction entre les deux est délicate (BHADESHIA, 2015). La relation de Bagaryatski est également observée dans le cas de la martensite revenue, cependant, contrairement à la martensite, les précipités de cémentite au sein d'une latte de bainite ne présentent qu'un seul variant de cette relation d'orientation, ce qui conduit à leur disposition parallèle les uns aux autres et formant un angle de 55° à 60° environ avec l'axe de la latte. Par ailleurs Ohmori observe qu'une relation de Kurdjumov-Sachs entre l'austénite et la ferrite bainitique et une relation d'Isaichev entre la cémentite et la ferrite bainitique, conduit à une relation de Pitsch entre la cémentite et l'austénite, ce qui est observé expérimentalement (OHMORI, Y. C. JUNG et al., 1996 ; SRINIVASAN et al., 1968). Les précipités intralattes sont très fins (de l'ordre de quelques centaines de nm de long). On notera que l'on peut obtenir d'autres carbures comme des carbures de transition (GUPTA et al., 2022), notamment dans le cas d'une structure revenue ou autorevenue. Singh a recensé les relations d'orientation observées dans la bainite au tableau 1.5 (SINGH, 2012).

| Relation d'orientation | Phases | Désorientation entre |
|------------------------|--|-------------------------------|
| Kurdjumov-Sachs | Austénite en ferrite proeutectoïde, bainitique ou en martensite | Austénite et ferrite |
| Nishiyama-Wassermann | Austénite en ferrite proeutectoïde, bainitique ou en martensite | Austénite et ferrite |
| Bagaryatski | Revenu ou précipitation de la cémentite dans la ferrite ou la martensite | Cémentite et Ferrite |
| Pitsch | Précipitation de la cémentite dans l'austénite | Austénite et Cémentite |
| Isaichev | Précipitation de la cémentite dans l'austénite ou la ferrite | Ferrite et Cémentite |
| Jack | Précipitation de carbures ϵ dans la ferrite ou la martensite | Ferrite et carbure ϵ |

TABLE 1.5 – Relations d'orientation observées dans la bainite (SINGH, 2012).

Des constituants secondaires alternatifs ou complémentaires à la cémentite ont été observés et classifiés par Zajac et Bramfitt (ZAJAC et al., 2005 ; BRAMFITT et al., 1990). Il est important de noter que ces deux classifications ont été élaborées pour mieux prendre en compte les

microstructures obtenues à l'issue d'un refroidissement continu. Les transformations isothermes, du fait des temps de maintien prolongés, provoquent la formation de bainite à carbures et non de produits de transformation hors équilibre divers comme nous allons le voir. En effet, lors de la formation des lattes de ferrite bainitique, le carbone diffuse (en plus ou moins grande quantité suivant la température ou la vitesse de refroidissement) dans l'austénite avoisinante. Cette austénite enrichie en carbone va alors à son tour se décomposer, ce qui donne lieu à la grande diversité de constituants secondaires de la bainite.

- Austénite résiduelle : dans le cas d'une composition retardant la formation de la cémentite (Al, Si) et contenant des éléments gammagènes et si l'austénite est de plus suffisamment stabilisée par le carbone qui diffuse depuis la ferrite bainitique, de l'austénite résiduelle métastable à température ambiante peut être observée. Cette bainite est en général dénommée "bainite sans carbure". On pourra se référer à (HELL, 2018) pour plus de détails sur ce type de structure bainitique. Ce constituant évoluera ensuite lors du revenu de la microstructure.
- Composés MA ou Martensite : dans certains cas, l'austénite résiduelle n'est pas suffisamment stabilisée à température ambiante et se décompose partiellement ou totalement en une structure très fine présentant à la fois de l'austénite et de la martensite appelée "composé MA". Pour la martensite, Jiang observe ainsi dans le cas d'un acier de cuve⁷ la formation d'îlots de martensite finement maclée (voir figure 1.20) (JIANG et al., 2021). Lambert-Perlade observe une structure similaire dans le cas de composés MA obtenus en conditions de soudage (LAMBERT-PERLADE, 2001). Les composés sont présents soit sous forme d'îlots entre les paquets, blocs ou sous-blocs de bainite, soit sous forme de films entre les lattes de bainite (JIANG et al., 2021; DE-CASTRO et al., 2022). Ils présentent en général des régions de martensite séparées par des couches d'austénite résiduelle. La figure 1.21 montre la morphologie d'un composé MA vu au MEB. (On peut également les observer à une échelle plus large sur la figure 1.24). De Castro note que les vitesses de trempe basses favorisent des composés MA sous forme d'îlots tandis que les refroidissements à des vitesses élevées favorisent l'apparition de films (DE-CASTRO et al., 2022). Une particularité de ce constituant est qu'il peut remplacer complètement la cémentite : Zajac⁸ observe ainsi des composés MA intragranulaires qui remplacent la cémentite (ZAJAC et al., 2005). Il parle dans ce cas de bainite dégénérée. Cela a été également observé par Habraken et Economopoulos dans leurs observations de "bainite granulaire" (L. HABRAKEN, 1956; LJ HABRAKEN et al., 1967). Dans le cas d'un acier de cuve, Jiang observe que la teneur en carbone dans ce constituant est beaucoup plus élevée que dans la matrice environnante : 1% en masse de carbone dans le composé MA contre 0.2% dans le reste du matériau (JIANG et al., 2021). Cette mesure en accord avec les mesures d'autres auteurs pour des aciers bas carbone (LAMBERT-PERLADE, 2001; BISS et al., 1971; MATSUDA et al., 1994; OKADA et al., 1995; KAWABATA, 1992). Xie observe un enrichissement notable en carbone sans préciser la teneur (XIE,

7. Acier Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h.

8. Aciers bas carbone (0.03 à 0.06C) de type X100 ou X120

Z. LIU, HE et al., 2020). Il semble cependant que la teneur en carbone de l'austénite résiduelle puisse varier grandement d'un îlot à un autre (SCOTT et al., 2007; GARCIA-MATEO et al., 2012). La teneur importante en carbone de ces constituants entraîne que la martensite qui se forme à l'intérieur est très certainement une martensite en plaquettes, lenticulaire ou en papillon (T. MAKI, 2012). Cela n'étant pas l'objet de notre étude nous nous limiterons donc à cette description.

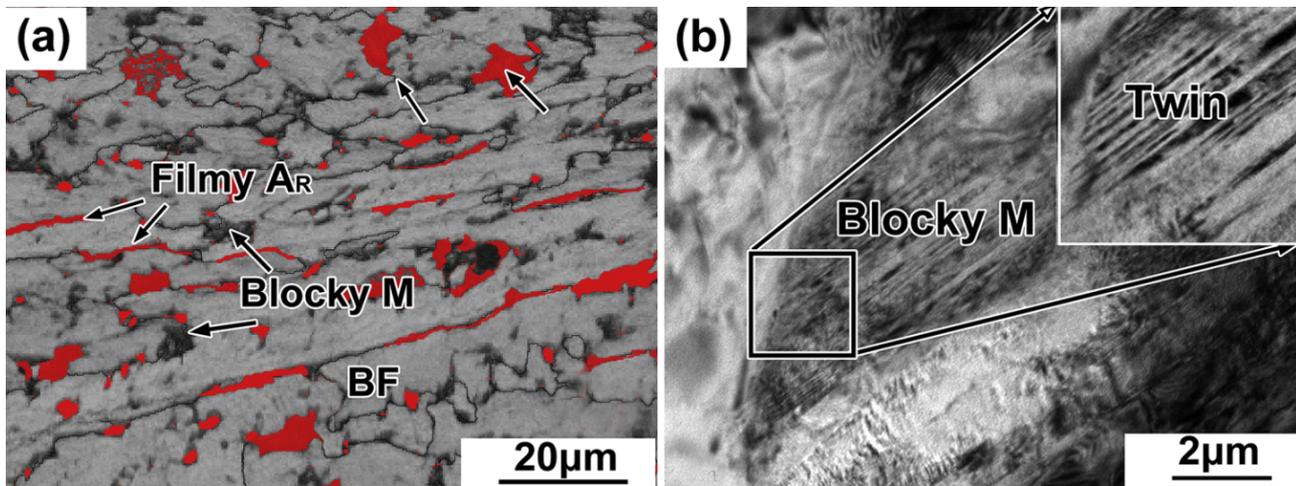


FIGURE 1.20 – (a) Image EBSD en contraste de bande couplé avec l'identification des phases. A_R correspond à l'austénite résiduelle, M à la martensite et BF à la ferrite bainitique. Observation au MET d'un îlot de martensite où l'on voit une très fine structure en maclé (b) Acier Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h (JIANG et al., 2021).

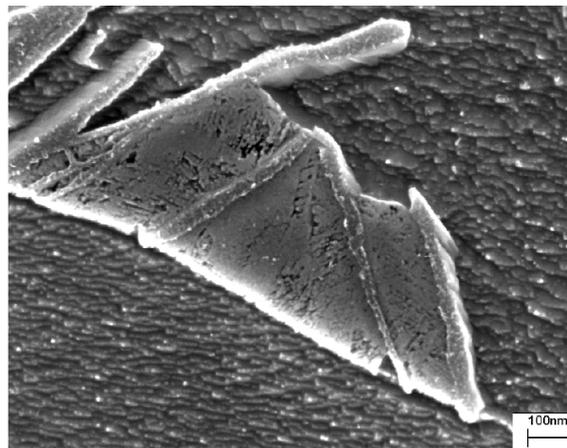


FIGURE 1.21 – Exemple de composé MA pour une microstructure bainitique pour un acier Mo-Ni. Aciers bas carbone (0.03 à 0.06C) de type X100 ou X120. Attaque Nital. (ZAJAC et al., 2005).

— L'austénite enrichie en carbone peut également se transformer en bainite. Si la formation de la cémentite est également inhibée dans ces îlots, il est possible d'observer de la bainite dégénérée présentant des composés MA à la place de la cémentite. Les images de la

figure 1.22 (c et d) illustrent ce type de seconde phase. Ceci est également relevé par Ohtani (OHTANI et al., 1990).

- Les vitesses de refroidissement observées au sein d'un gros composant forgé durant sa trempe ne permettent pas en général d'obtenir une microstructure perlitique, cependant la composition variant localement avec les transformations, les conditions qui permettent d'obtenir de la perlite ou de la perlite dégénérée peuvent être réunies. Ainsi, Zajac observe que la perlite peut être un constituant secondaire de la microstructure bainitique (ZAJAC et al., 2005). Ce constituant se forme aux hautes températures où la croissance coopérative de la cémentite et de la ferrite est possible. Il est favorisé par la présence d'éléments d'alliage qui diminuent l'activité du carbone dans l'austénite (Mo). La figure 1.22 (a - b) illustre ce cas.

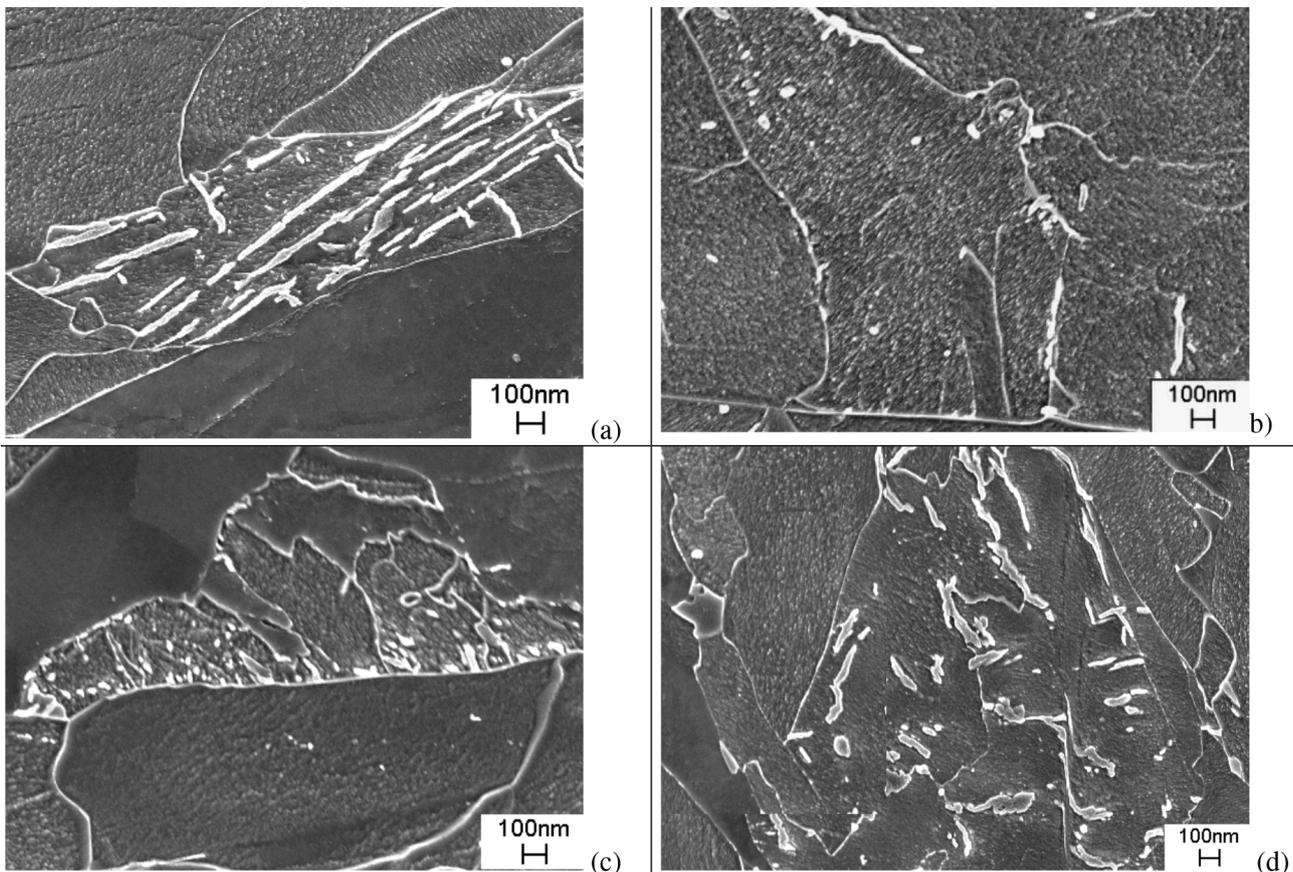


FIGURE 1.22 – Aciers bas carbone (0.03 à 0.06C) de type X100 ou X120. Attaque Nital. (a) Perlite dégénérée, (b) débris de cémentite, (c) bainite avec cémentite, (d) bainite avec composé MA (ZAJAC et al., 2005).

- Selon Zajac, il est possible d'observer un mélange de sous-produits de la transformation incomplète (figure 1.23). Cette microstructure correspond à un mélange de fragments de ferrite, de cémentite et de composés MA. Cette microstructure serait le produit d'une transformation incomplète et serait favorisée par la présence d'éléments d'alliage qui augmentent l'activité du carbone dans l'austénite (Ni).

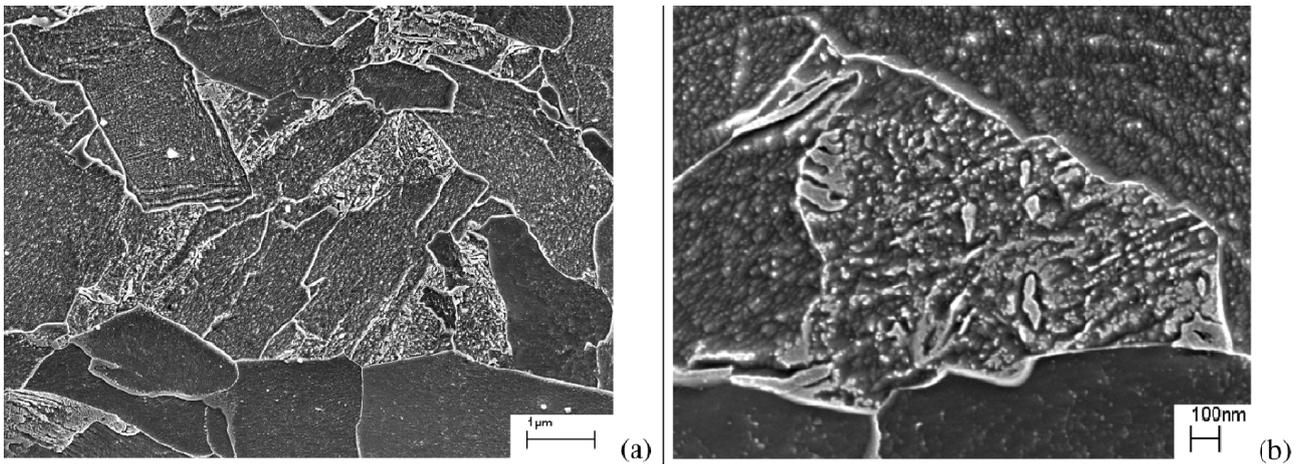


FIGURE 1.23 – Exemple de produits de transformation incomplète selon Zajac. Aciers bas carbone (0.03 à 0.06C) de type X100 ou X120. Attaque Nital (ZAJAC et al., 2005).

2.2.4.3 Classification simplifiée

La grande complexité des microstructures bainitiques a conduit de nombreux auteurs à tenter d'en établir une classification dont nous présentons ici une synthèse. Mehl sépare la bainite supérieure qui se forme à hautes températures de la bainite inférieure qui se forme à basses températures (MEHL, 1939), Hehemann différencie la bainite supérieure de la bainite inférieure en fonction de la présence ou non de cémentite intralatte (R. HEHEMANN, 1970) et Zajac reprend cette idée et l'approfondit avec la notion de bainite dégénérée (ZAJAC et al., 2005). La classification pour les structures continûment refroidies de Bramfitt propose un élargissement de cette notion en distinguant trois types de structures bainitiques (BRAMFITT et al., 1990) :

- Type B1 : Les sous-unités de ferrite bainitique contiennent des précipités intralattes.
- Type B2 : On trouve des particules ou des films de seconde phase entre les sous-unités.
- Type B3 : On trouve des constituants sous la forme de blocs de seconde phase en plus des sous-unités de ferrite.

Cette classification, faite également par Ohtani (OHTANI et al., 1990) pour les carbures de structures bainitiques continûment refroidies ou transformées de façon isotherme, permet notamment de conserver la distinction faite par Mehl et Zajac tout en élargissant la classification pour permettre de prendre en compte à la fois les transformations isothermes et sous refroidissement continu. De manière générale, le type B3 de bainite se forme à haute température et à des vitesses de transformation basses, le type B1 se forme aux températures et aux vitesses intermédiaires tandis que le type B2 se forme aux températures proches de M_s et aux vitesses de refroidissement proches de la vitesse critique pour obtenir une structure purement martensitique (BRAMFITT et al., 1990 ; OHTANI et al., 1990).

Ohmori propose la distinction suivante (Y. OHMORI et al., 1971) : la bainite supérieure qui présente une ferrite bainitique sous forme de lattes et la bainite inférieure qui présente la ferrite bainitique sous forme de plaquettes. Cette classification reprend les mêmes termes de bainite supérieure et inférieure que celle de Mehl (MEHL, 1939) mais celle-ci n'est pas basée sur la localisation spatiale d'une seconde phase faite de cémentite. On notera ici que la classification

de Mehl considère de plus que la bainite supérieure se forme aux hautes températures tandis que la bainite inférieure se forme aux basses températures. Ainsi Bramfitt, dans une synthèse de plusieurs observations de la microstructure bainitique, note que la bainite inférieure de Mehl peut avoir soit une structure en plaquettes ou en lattes (BRAMFITT et al., 1990). Le critère de Mehl quant à la localisation de la cémentite intervient plus tard dans l'analyse.

Malgré tous ces efforts, la classification la plus couramment utilisée dans le cadre des transformations sous refroidissement continu repose sur trois grandes familles de structures bainitiques : inférieure, supérieure et granulaire. Les trois grandes catégories de bainite que nous allons présenter sont d'autant plus importantes qu'elles sont notamment utilisées pour classifier les différentes distributions de désorientations angulaires observées dans la microstructure bainitique et qui sont susceptibles d'affecter la résistance à la rupture fragile par clivage transgranulaire. Nous noterons qu'il existe d'autres classifications se voulant plus exhaustives (classification suivant la seconde phase, la morphologie des lattes, etc.) mais elles restent peu usitées dans la littérature (BRAMFITT et al., 1990 ; OHTANI et al., 1990 ; ZAJAC et al., 2005).

Bainite granulaire La bainite granulaire est un type de microstructure bainitique se formant à des refroidissements lents (LJ HABRAKEN et al., 1967 ; DE-CASTRO et al., 2022 ; BRAMFITT et al., 1990 ; BHADESHIA, 2015). Elle présente des paquets bainitiques grossiers de forme équiaxes. Bien qu'apparaissant comme d'un seul tenant en microscopie optique, il a été confirmé que cette microstructure s'organise en paquets de lattes de sous-unités coalescées (LJ HABRAKEN et al., 1967). Elle présente une ferrite de forme irrégulière avec des îlots de seconde phase présents entre les grains. Ces îlots sont en général faits d'austénite résiduelle, de martensite ou de composés MA. Les lattes peuvent être séparées par des films d'austénite résiduelle. Les carbures sont peu présents, car le carbone est dissous dans l'austénite résiduelle et la stabilise. Ce type de constituant secondaire fortement hors équilibre a pour origine les faibles vitesses de refroidissement. Le carbone peut diffuser hors des lattes de ferrite bainitique et enrichir l'austénite avoisinante. Cette dernière est stabilisée au point de pouvoir exister à température ambiante ($M_s \leq T_{\text{ambiante}}$). Pour Zajac, ce type de bainite a la plus grande diversité de types de constituants secondaires. Du point de vue de la distribution des angles de désorientation aux interfaces de la microstructure, la bainite granulaire est caractérisée par une distribution assez homogène, comparée à la bainite inférieure et supérieure (ZAJAC et al., 2005).

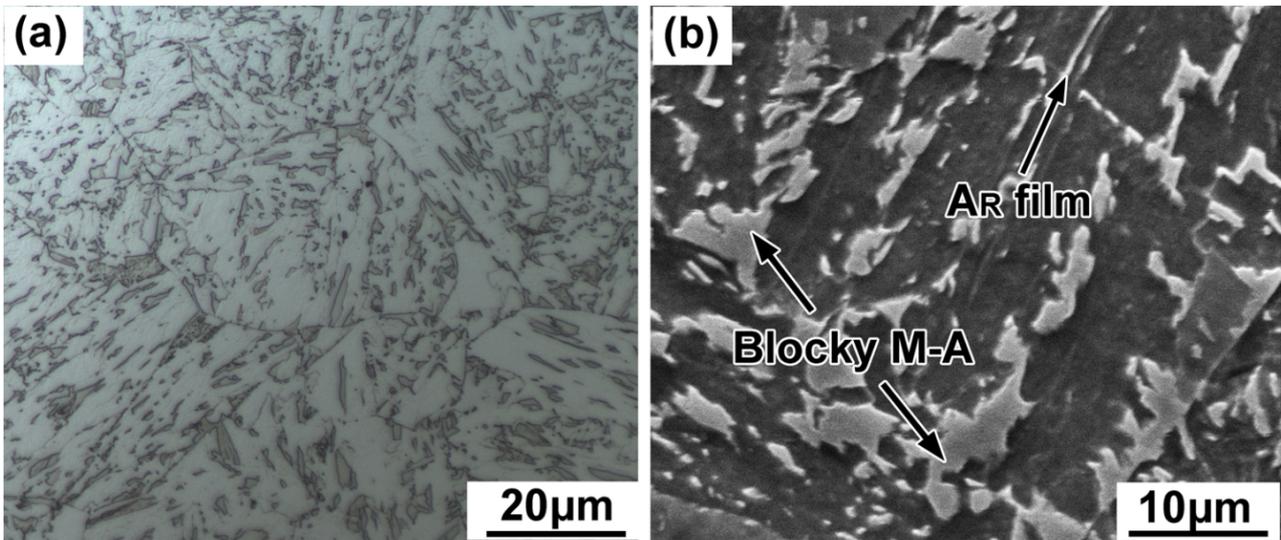


FIGURE 1.24 – Exemple de bainite granulaire : (a) Image en microscopie optique après attaque Nital (b) Image en microscopie électronique à balayage montrant la seconde phase qui est ici faite de composés MA et d’austénite résiduelle. “ A_R ” = Austénite résiduelle. Acier Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l’air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h. (JIANG et al., 2021)

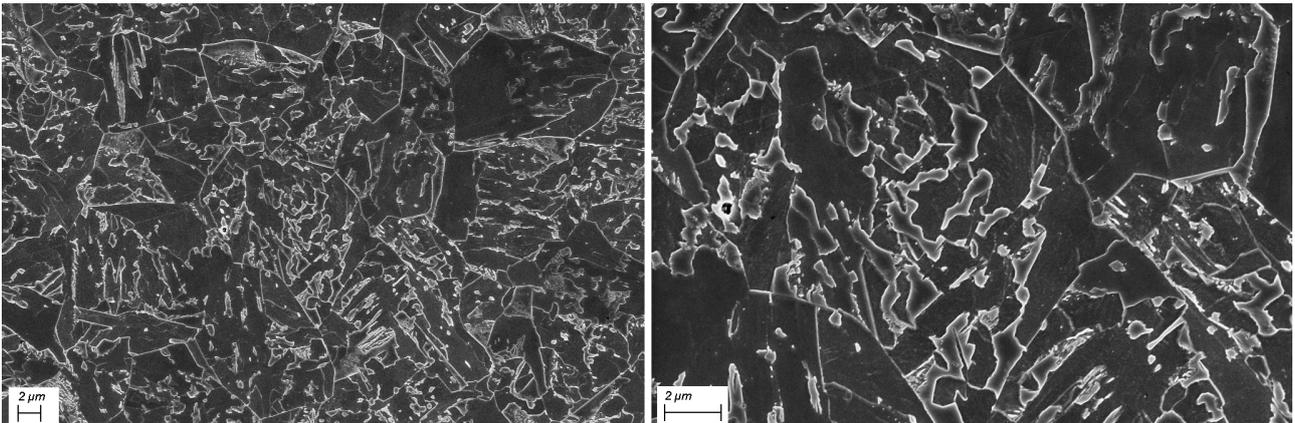


FIGURE 1.25 – Exemple de bainite granulaire avant revenu du matériau de thèse vue au MEB. Image aux électrons secondaires, attaque Nital.

Bainite supérieure Aux vitesses de refroidissement intermédiaires (BRAMFITT et al., 1990), le type de bainite qui se forme est appelée bainite supérieure. Cette microstructure possède une structure grossière où les lattes sont groupées en paquets de taille importante et dont la morphologie allongée est bien déterminée. Pour certains auteurs, ce type de microstructure est caractérisé par une précipitation uniquement interlattes (MEHL, 1939; R. F. HEHEMANN, KINSMAN et al., 1972). On retrouve également cette notion dans les classifications de Bramfitt et Ohtani bien que le terme de bainite supérieure ne soit pas vraiment employé. Le constituant secondaire (interlattes), est en général de la cémentite ou du composé MA. D’autres types de constituants secondaires peuvent être présents sous forme d’îlots. Pour Ohmori le terme de bainite supérieure devrait renvoyer d’abord à une structure en lattes de la bainite ferritique

(Y. OHMORI, 1971). Mais cette dénomination ne semble pas avoir été adoptée. Du point de vue la distribution des désorientations, Gourgues et Zajac montrent que la bainite supérieure comporte une forte densité de joints faiblement désorientés (angle de désorientation inférieur à 20°), quasiment aucun joint désorienté entre 25° et 47° et le pic de désorientation à 53° n'est pas négligeable devant le pic à 60° avec (GOURGUES et al., 2000; ZAJAC et al., 2005). Ce type de bainite suit plutôt une relation d'orientation de type [Kurdjumov-Sachs](#).

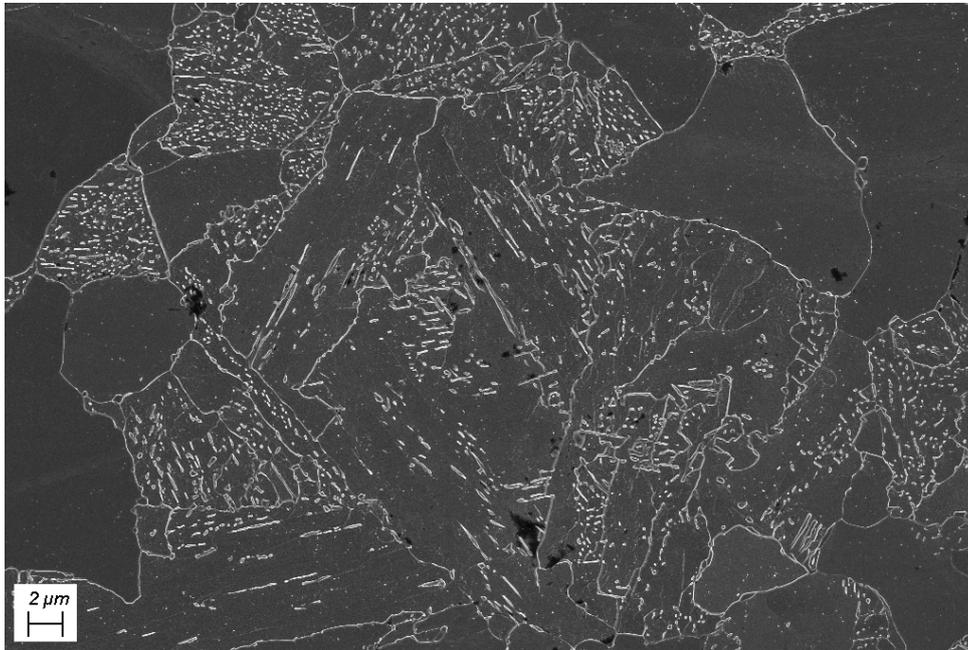


FIGURE 1.26 – Exemple de bainite supérieure (au centre de l'image) du matériau de thèse vue au MEB.

Bainite inférieure Se formant aux vitesses de refroidissement les plus rapides, la bainite inférieure présente de nombreux traits communs avec la martensite. La distinction entre ces deux microstructures suite à un revenu fait encore l'objet de recherches (S. MORITO, PHAM et al., 2015). Elle présente une structure fine en blocs, ce qui conduit à obtenir une distribution de désorientations maximale au niveau des forts angles de désorientation (pic à 60° avec un pic secondaire autour de 53°). Gourgues note également que ce type de bainite semble suivre préférentiellement une relation de type [Nishiyama-Wassermann](#). Ce type de bainite présente les meilleures propriétés à rupture du fait de cette forte densité de joints fortement désorientés. De nombreux auteurs considèrent que ce type de bainite est caractérisé par une précipitation intralatte (la précipitation interlatte pouvant aussi être présente). À l'instar de la bainite supérieure, en termes de constituants secondaires inter et intralattes, on observe en général de la cémentite ou des composés MA. D'autres types de secondes phases peuvent être présents sous forme d'îlots. Morito a tenté de différencier bainite supérieure, inférieure et martensite en lattes au travers de l'étude de la fraction des différents joints de blocs (frontières entre deux variants de la relation d'orientation), mais cet aspect microstructural n'est pas vraiment différenciant (S. MORITO, PHAM et al., 2015). La figure 1.27 donne un exemple de ce type de bainite.

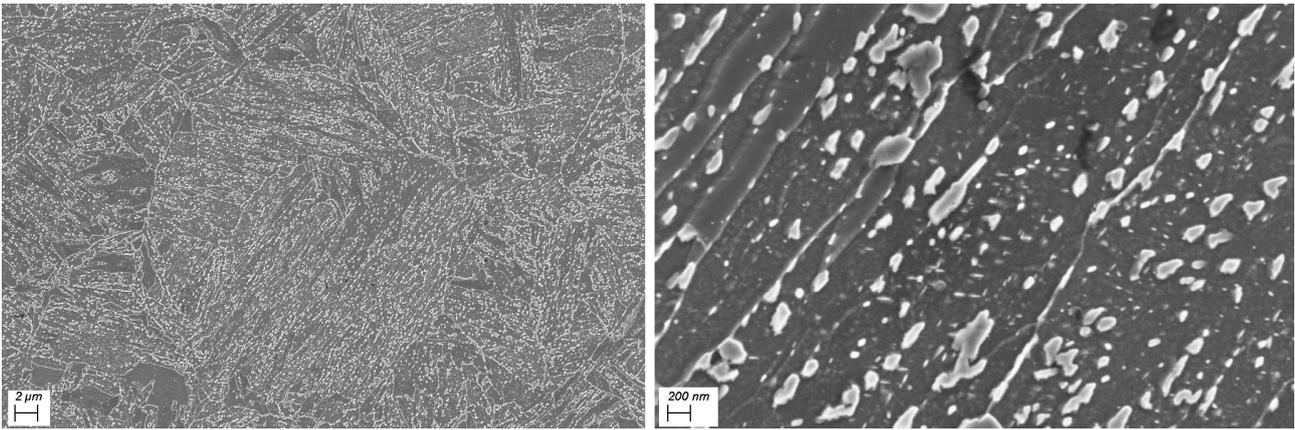


FIGURE 1.27 – Exemple de bainite inférieure du matériau de thèse vue au MEB. De petits carbures intralattes allongés présentant l’orientation à 60° typique peuvent être vus sur l’image de droite.

Le lecteur intéressé par les aspects cristallographiques de la transformation bainitique pourra se référer aux travaux de Lubin et Lambert-Perlade pour plus d’informations (LUBIN, 2009 ; LAMBERT-PERLADE, GOURGUES et PINEAU, 2004).

Comme nous avons pu le voir, l’étude des désorientations représente l’outil principal pour distinguer ces différents types de microstructure bainitique. Nous récapitulons ces différences dans le schéma de la figure 1.28. Ces observations montrent également l’effet important de la vitesse de refroidissement sur la distribution de désorientations, comme le montre par ailleurs PANPURIN et al. (2013). Deux valeurs de désorientations importantes, 53° et 60° , se dégagent de la littérature (PANPURIN et al., 2013 ; ZAJAC et al., 2005 ; GOURGUES et al., 2000 ; SUIKKANEN et al., 2013 ; S. KANG et al., 2016 ; DE-CASTRO et al., 2022 ; FURUHARA, KAWATA, S. MORITO et T. MAKI, 2006), et ce, pour les transformations isothermes comme à refroidissement continu. Ces deux désorientations permettent notamment la distinction la bainite inférieure et de la bainite supérieure. Les intervalles de désorientations faibles et intermédiaires nous donnent, quant à elles, des informations sur la présence de bainite granulaire. Concernant la structure cristalline de la bainite, la littérature ne semble pas comporter d’étude précise comme celles présentées pour la bainite issues de transformation isotherme. Cependant, nous pouvons garder à l’esprit, en termes de tendance, que les vitesses de refroidissement basses impliquent un temps passé à haute température plus long et donc des structures plus proches de la bainite de type *A* et inversement pour les hautes vitesses de refroidissement.

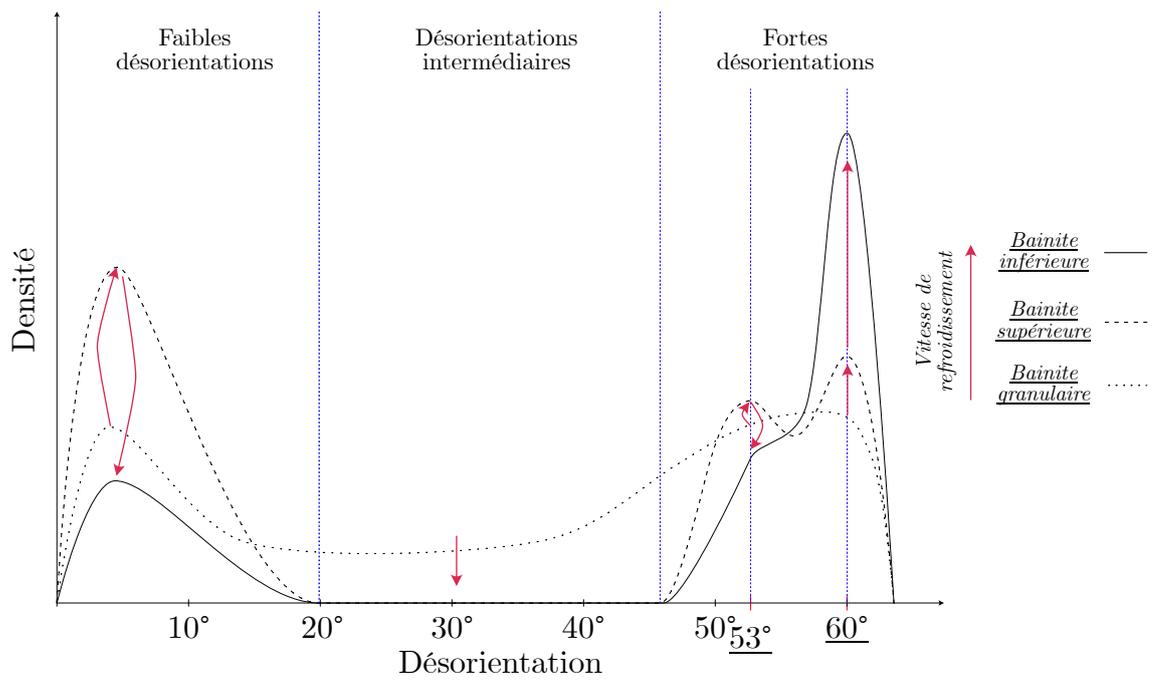


FIGURE 1.28 – Distribution des désorientations pour les différents types de structure bainitique en fonction de la vitesse de refroidissement.

| Type de bainite | Conditions de formation | Morphologie | Distribution des désorientations | Constituants secondaires | Répartition spatiale des constituants secondaires |
|---------------------------|---|---|---|---|--|
| <i>Bainite granulaire</i> | Refroidissement continu uniquement, vitesses de refroidissement lentes | Grossière, pas de structure de paquets apparente | Distribution homogène qui atteint son maximum autour de 45° | Austénite résiduelle, composé MA, martensite, bainite, perlite, produits de transformation incomplète | Surtout en îlots, en films interlattés d'austénite possible |
| <i>Bainite supérieure</i> | Refroidissement continu et transformation isotherme, hautes températures, vitesses intermédiaires | Paquets grossiers bien définis, éventuellement entrecroisés | Maximum de désorientations à moins de 20° et pic à 53° prononcé notamment par rapport à celui à 60° | Surtout cémentite et composé MA | Surtout interlatte, îlots possibles |
| <i>Bainite inférieure</i> | Refroidissement continu et transformation isotherme, basses températures, vitesses élevées | Paquets fins | Maximum de désorientations à 60° | Surtout cémentite et composé MA | Interlatte et intralatte, îlots possibles. Cémentite intralatte orientée à environ 60° (1 seul variant) de l'axe de la latte |

TABLE 1.6 – Tableau récapitulatif des trois grandes familles de bainite considérées dans ce travail.

Caractéristiques de la microstructure bainitique

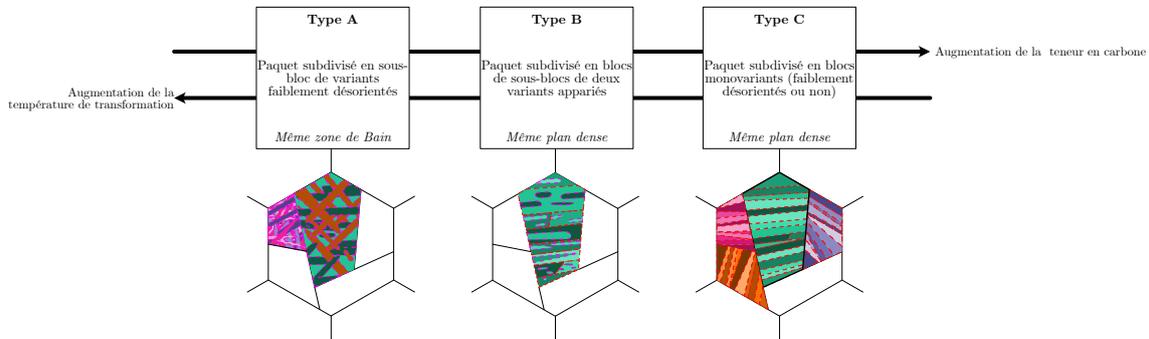
Structure de la ferrite bainitique (Relation d'orientation NW/GT/KS)



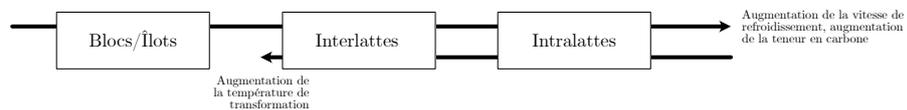
Morphologie des paquets bainitiques



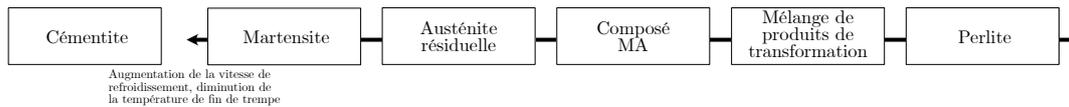
Organisation cristalline du paquet bainitique (Transformation isotherme)



Morphologie et localisation des constituants secondaires



Classification des constituants secondaires



Classification des microstructures bainitiques continûment refroidies

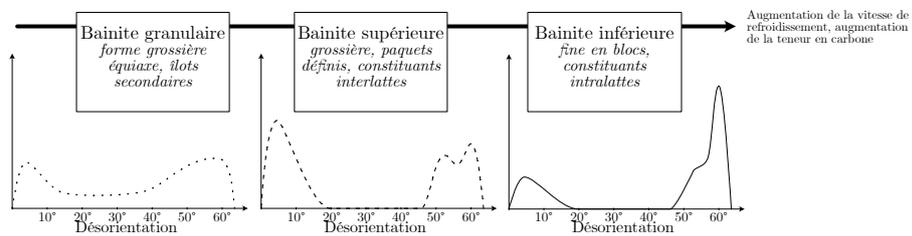


FIGURE 1.29 – Schéma récapitulatif de l’organisation de la microstructure bainitique.

2.3 Revenu des microstructures à l’issue de la trempe

À l’issue de l’étape de trempe, les composants forgés sont revenus à des températures avoisinant 650 °C pendant plusieurs heures afin d’homogénéiser une partie des propriétés mécaniques. Dans la partie précédente, nous avons présenté les microstructures qui pouvaient être obtenues au travers de l’épaisseur du composant. Nous allons à présent étudier l’effet du revenu sur ces microstructures.

Afin de comparer les effets des différents revenus, nous introduisons ici la notion de paramètre de revenu. Cette grandeur, introduite par Hollomon, est basée sur une équivalence temps-température de type Arrhenius et permet une comparaison de revenus avec des paramètres temps-température différents (HOLLOMON et al., 1945). Il repose sur l’évolution de la dureté

des matériaux : il s'agit de la valeur à laquelle différents couples de paramètres (T, t) de revenu donnent la même dureté. On peut trouver différents types de formulation de ce type d'approche. Nous retenons ici la formulation de l'équation 1.12 appelée paramètre de Hollomon-Jaffe ou Larson-Miller et utilisée couramment pour les aciers de cuve (HOLLOMON et al., 1945; LARSON et al., 1952). Le lecteur pourra se reporter à (CANALE et al., 2008) pour plus de détails sur la notion de paramètre de revenu.

$$K = \frac{T}{1000} * (C + \ln t) \quad (1.12)$$

Dans cette équation, T est la température du revenu en Kelvin, t est la durée du revenu en heures et C est une constante qui dépend de la chimie du matériau et qui est en général fixée à 20 pour les aciers de cuve (BENAROSCH, 2021). Nous pourrions vérifier expérimentalement la pertinence de cette valeur au chapitre 3. Pour les aciers de cuve, le revenu du traitement thermique de qualité se situe autour de $K = 19.0$ à $K = 22.0$.

2.3.1 Revenu de la perlite et de la ferrite proeutectoïde

Les microstructures issues d'une transformation diffusive comme la perlite ou la ferrite proeutectoïde sont assez peu sensibles au revenu. Celui-ci entraîne un grossissement et une globulisation des carbures et leur transformation vers des carbures d'équilibre tandis que les grains de ferrite vont avoir tendance à grossir pour des températures suffisamment élevées.

2.3.2 Revenu de la martensite

Les microstructures issues d'une transformation displacive sont des microstructures hors équilibre. Le revenu a donc un effet beaucoup plus prononcé. Dans le cas des aciers de l'étude, $M_s \approx 395^\circ\text{C}$ et la vitesse de refroidissement ne dépasse pas $10\,000^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, la martensite est déjà au moins partiellement autorevenue avec une ségrégation du carbone au niveau des dislocations. Le revenu permet la diffusion des atomes de carbone qui vont ségréger et précipiter sous forme de différents carbures de transition puis de cémentite au fur et à mesure que la température ou la durée du revenu augmente. La martensite tétragonale peut à terme se désaturer complètement en carbone et devenir de la ferrite α . Nous parlons cependant de martensite revenue car la microstructure obtenue conserve la même morphologie fine et la même structure de dislocations. Il existe quatre stades de revenu pour un acier non allié et non autorevenu de manière significative (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017; G. KRAUSS, 2012). Bhadeshia et Krauss présentent ici ces phénomènes par température de revenu croissante pour illustrer leur sensibilité au revenu. Le revenu des aciers de cuve se place déjà à des températures élevées et tous ces phénomènes prennent place au cours de l'autorevenu lors du refroidissement, de la lente montée en température ($< 100^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) et enfin du maintien en température. Il faut également noter la forte sensibilité des conditions d'apparition (temps et température de revenu) des différentes transformations au revenu envers la composition chimique.

— La première étape a lieu entre 100 et 200 °C avec la précipitation de carbures fins de

transition (carbures ϵ par exemple). Une partie du carbone en sursaturation dans la martensite peut migrer dans l'austénite.

- La deuxième correspond à la décomposition de l'austénite résiduelle qui se transforme en un mélange de cémentite, de ferrite et de bainite dès 200-300 °C (JIANG et al., 2021).
- Le troisième stade commence à partir de 200 à 300 °C jusqu'aux hautes températures (A_{c1} environ) où l'on peut observer la formation de cémentite. À ce stade la structure cristalline de la martensite est redevenue cubique. On notera toutefois que dans le cas des aciers bas carbone (teneur inférieure à 0.2% en carbone), le carbone était déjà quasiment absent de la matrice du fait de l'autorevenu. Les précipités de cémentite qui se forment présentent une relation de Bagaryatski avec la martensite parente. Ils précipitent en général à partir des carbures de transition ou des joints de lattes où ils forment des films fins. On observe aussi une augmentation de la taille des carbures et leur globulisation. Les structures de dislocations formées lors de la transformation martensitique commencent à être restaurées à ce stade. Enfin, pour des températures plus hautes (400 °C), la densité de joints faiblement désorientés (interlattes) diminue de façon importante. Pour des températures proches de A_{e1} , la martensite peut commencer à recristalliser. Ces changements microstructuraux causent un adoucissement notable du matériau.
- Enfin le quatrième stade débute autour de 300 à 400 °C. Il est caractérisé par la précipitation de carbures dits secondaires. Ces carbures se forment par précipitation du carbone avec les éléments d'alliage carburigènes, notamment le molybdène qui forme le carbure Mo_2C , généralement sous forme d'une fine dispersion dans la matrice qui a un effet durcissant. Ce phénomène, appelé durcissement secondaire, vient contrebalancer et retarder l'adoucissement provoqué par la restauration des structures de dislocations, le grossissement des carbures ou encore un début de recristallisation.

2.3.3 Revenu de la bainite

La bainite se forme à des températures entre la perlite et la martensite. La diffusion est donc beaucoup moins active que pour les transformations diffusives mais le revenu a ensuite un effet plus marqué que pour les microstructures comme la ferrite proeutectoïde ou la perlite. Cependant, la bainite se formant à des températures plus élevées ou des vitesses de refroidissement plus basses que la martensite, elle subit un autorevenu lors de sa formation et est donc moins sensible que la martensite. D'après Bhadeshia, la formation des carbures bainitiques peut déjà être vue, d'une certaine manière, comme un effet d'autorevenu (BHADESHIA, 2015). Par ailleurs, contrairement à la martensite, il y a peu de carbone en solution solide dans la ferrite bainitique. Les revenus ont donc moins d'effet que pour des structures plus trempées et la teneur en carbone du matériau a peu d'impact sur l'effet du revenu, contrairement à la martensite. Néanmoins, la structure bainitique peut comporter des constituants hors équilibre tels que de l'austénite résiduelle, des composés MA ou encore de la martensite. Ainsi bien que le revenu ait peu d'effet sur la ferrite bainitique ou sur les carbures déjà formés, il va entraîner la transformation de ces constituants hors équilibre.

Effet du revenu sur la ferrite bainitique À partir d'une certaine température et pour une durée de revenu suffisante, les dislocations peuvent être restaurées, ce qui va adoucir le matériau. Ce phénomène est d'autant plus fort que la densité des dislocations est importante.

Pour les revenus typiques du traitement thermique de qualité, la structure cristallographique de la ferrite bainitique semble être peu affectée. Pour Irvine, la structure de la ferrite bainitique en lattes n'est pas affectée par des revenus de l'ordre de 700 °C pendant 1 heure ($K = 19.50$) pour des aciers bas-carbone (IRVINE et al., 1957; BUSH et al., 1971; BHADSHIA, 2015). Benarosch dans son étude de la précipitation de matériaux modèles (FeCMoMn, FeCMo, FeCMn) inspirés des aciers de cuve observe qu'un adoucissement important du matériau, signe d'une recristallisation, intervient un peu avant 10 h pour un revenu à 650 °C (650 °C pendant 6 h correspond à $K = 20.6$). La composition de l'acier de cuve, plus complexe, risque de retarder ce phénomène et les matériaux de cette étude présentent de gros grains austénitiques (90 µm). Li⁹ relève un début de coalescence de lattes entre elles à partir d'un revenu de 650 °C pendant 5 h ($K = 20.0$) bien qu'il ne présente pas de preuve claire de cette affirmation (C. W. LI et al., 2016). Ceci reste cependant cohérent avec l'effet du revenu sur la structure martensitique (voir paragraphe 2.3.2). Jiang étudie l'influence de la température de revenu pour un acier de cuve¹⁰ comportant de la bainite granulaire. Aucune reconstruction de la structure de la ferrite bainitique n'est observée pour des revenus de 2 h allant de 200 °C à 650 °C ($K = 9.8$ à $K = 19.1$)(JIANG et al., 2021). Gupta ne semble pas observer de changement dans la structure en lattes après un traitement thermique complet d'acier de cuve¹¹ (GUPTA et al., 2022), ce qui semble être confirmé par les observations microstructurales¹² dans la thèse de Renevey (RENEVEY, 1998). Naylor observe une recristallisation prononcée d'un acier A533 Gr.B Cl.1¹³, dont la composition est proche de celle des aciers de cuve, après un revenu de 670 °C pendant 120 h ($K = 23.4$)(NAYLOR et GUTTMANN, 1981). Il s'agit cependant d'un revenu très spécifique pour étudier l'effet de la fragilisation.

La composition chimique de la ferrite bainitique évolue aussi durant le revenu. S'il restait du carbone en solution (ce qui est peu probable au vu des traitements thermiques appliqués), celui-ci va diffuser vers l'austénite résiduelle ou précipiter (BHADSHIA, 2015; JIANG et al., 2021). Alors que les éléments d'alliage ne diffusent pas à longue distance durant la formation de la bainite (BHADSHIA, 1984), on observe une évolution de leur teneur dans les différents constituants microstructuraux au cours du revenu. Ainsi les éléments carburigènes (Mo et Cr dans le cas des aciers de cuve) vont enrichir les carbures déjà formés ou précipiter sous forme de carbures qui leur sont propres, par exemple Mo_2C dans le cas du molybdène (BHADSHIA, 2015; BAKER, 1959) ce qui a tendance à renforcer le matériau. On note également que les carbures s'enrichissent en manganèse. La matrice de bainite ferritique s'appauvrit donc au fil

9. Acier SA508 Gr.3 Cl.1, traitement thermique de laboratoire, austénitisé à 900 °C pendant 5 h, refroidi à 3600 °C · h⁻¹, puis revenu à 650 °C pendant des durées allant de 0,5 h à 50 h.

10. Acier de cuve Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h.

11. Revenu post-trempe et traitement thermique de détensionnement après soudage : 630 °C pendant 6 h puis 650 °C pendant 6 h puis 670 °C pendant 6 h deux fois.

12. 2 austénitisations à 865 °C et 895 °C pendant 4,67 h, revenu à 640 °C pendant 7,5 h, $K = 20.1$, puis revenu à 610 °C pendant 8 h, $K = 19.5$

13. Acier Fe-0.11C-0.3Si-1.35Mn-0.013P-0.014S-0.1Cr-0.465Mo-0.49Ni-0.019Al-0.015Sn-0.006V.

du revenu en éléments d'alliage.

Effet du revenu sur les constituants secondaires bainitiques autres que les carbures Alors que la ferrite bainitique subit relativement peu de changements durant le revenu (tant que la recristallisation n'a pas lieu), les constituants secondaires bainitiques peuvent se transformer de manière significative : les carbures évoluent vers leurs formes d'équilibre et les secondes phases hors équilibre se transforment. Nous commencerons par présenter l'effet du revenu sur les constituants secondaires bainitiques autre que les carbures car ils se décomposent souvent en un mélange de carbures et de ferrite. Les carbures produits ont alors une évolution similaire aux carbures déjà présents dans la bainite ou qui sont apparus auparavant au cours du revenu.

Dans le cas d'un refroidissement continu, nous avons vu que la bainite peut contenir des *îlots d'austénite résiduelle*. Durant le revenu, cette dernière se décompose en divers produits en fonction de la température de revenu, de la composition (notamment de la teneur en carbone) et de la morphologie de l'austénite. Les îlots d'austénite résiduelle se décomposent en une structure lamellaire ressemblant à de la perlite (dégénérée) ou à de la bainite pour former ensuite un agrégat de cémentite globulaire et de ferrite comme le montre Jiang¹⁴ en étudiant le comportement au revenu des îlots MA (JIANG et al., 2021). En faisant revenir un acier de cuve à différentes températures pendant 2 h, il a pu observer la décomposition des composés MA comme illustré sur la figure 1.30. Li observe une décomposition similaire dans le cas d'un acier de cuve. Selon lui, l'austénite résiduelle se décompose en un mélange de carbures allongés et de ferrite. (C. LI et al., 2016 ; C. W. LI et al., 2016) (figure 1.31). YAN et al. (2017) étudie également la décomposition de l'austénite résiduelle au cours du revenu d'un acier de cuve¹⁵ et observe un comportement similaire. En fonction de la température de revenu, l'austénite résiduelle se décompose en martensite à basse température (230 °C), en bainite à 400 °C et en un mélange de ferrite et de carbures allongés à 650 °C. Par ailleurs, il observe notamment de l'austénite résiduelle interlatte qui se décompose de manière similaire : carbures allongés ou alignements de carbures ressemblant à de la perlite. Pour Bhadeshia, cette décomposition lamellaire doit être associée à la microstructure perlitique. Par ailleurs, un revenu à une température supérieure à la température $Ae_1 \approx 660$ °C semble provoquer la formation de nouveaux îlots d'austénite (C. LI et al., 2016). Dans certains cas l'austénite ne se décompose pas complètement et se transforme partiellement en martensite lors du refroidissement du revenu, qui pourra se re-décomposer si l'on prolonge ou réitère le revenu. Par ailleurs, si la température de revenu est en dessous de B_s ou durant le chauffage de revenu, on peut observer une décomposition de l'austénite en bainite. Cela suppose néanmoins que l'austénite ait une composition en carbone inférieure à la limite donnée par la courbe T_0 , ce qui peut être atteint par précipitation partielle du carbone sous forme de perlite ou de cémentite.

Dans le cas de *fins films d'austénite résiduelle*, ceux-ci se décomposent en un mélange de

14. Acier de cuve Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénité à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h.

15. Acier SA508 Gr.3, austénité à 890 °C pendant 0,5 h, refroidi à $0,75$ °C · s⁻¹ puis revenu à 650 °C pendant 4 h ($K = 19.74$). L'effet d'un pré-revenu à 190 °C pendant 5 h ($K = 10.00$), 230 °C pendant 5 h ($K = 10.87$) ou 400 °C pendant 2 h a également été étudié ($K = 13.93$).

ferrite et de petits carbures de cémentite (BHADESHIA, 2015). Jiang¹⁶ note d'ailleurs que leur stabilité semble plus importante que celle des îlots (JIANG et al., 2021), ce qui est en contradiction avec les observations de Podder¹⁷ (PODDER et al., 2011). Podder note néanmoins que cette stabilité des films est inférieure dans le cas d'une décomposition en carbures mais supérieure dans le cas d'une transformation martensitique.

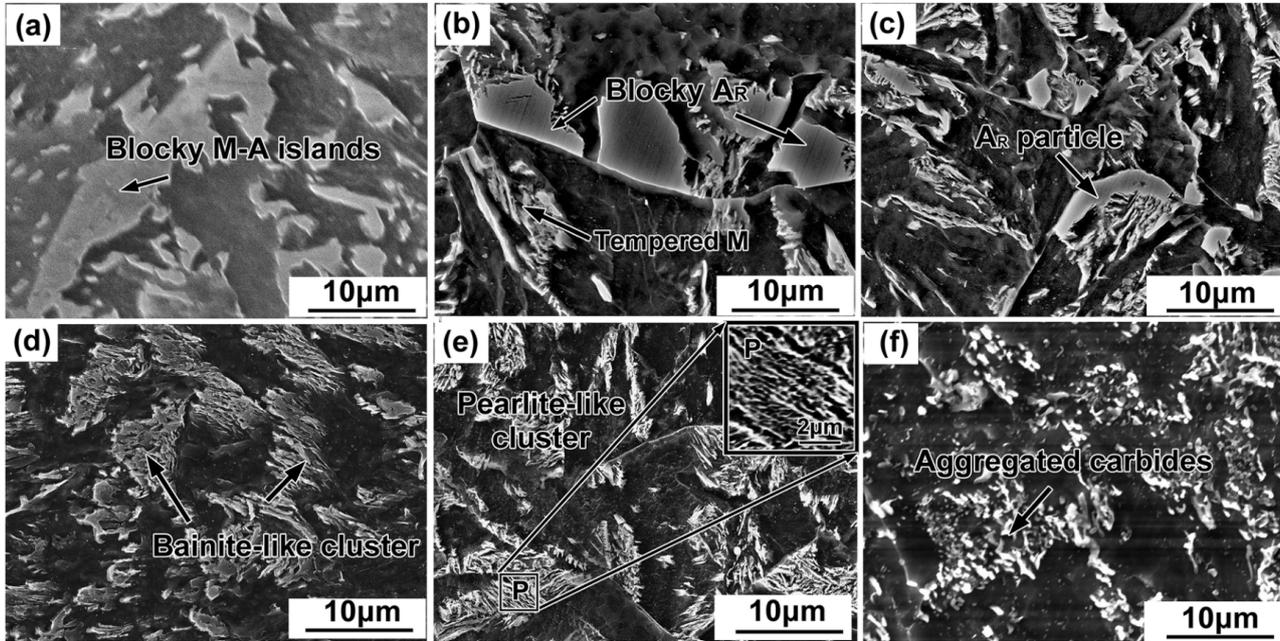
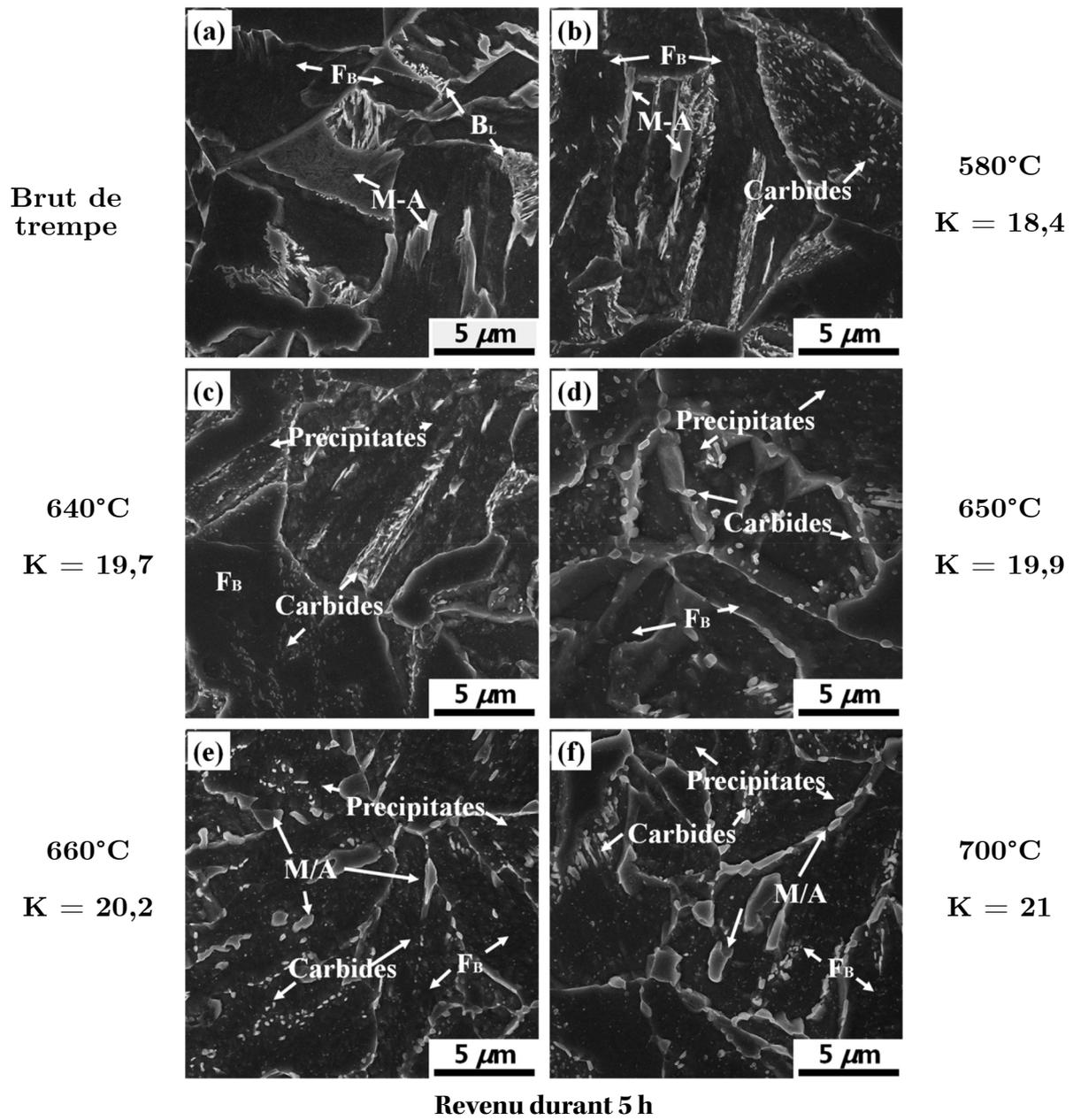


FIGURE 1.30 – Composé MA après 2 h de revenu à différentes températures. On observe bien le passage du composé MA à une structure allongée similaire à de la perlite ou de la bainite et enfin à une globulisation des carbures pour former un agrégat de cémentite et de ferrite (a) 200 °C, (b) 280 °C, (c) 350 °C, (d) 450 °C, (e) 550 °C et (f) 650 °C. La microstructure de départ est donnée dans la figure 1.24. Acier Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h. Attaque Nital 2% (JIANG et al., 2021).

16. Acier de cuve Fe-0.23C-1.4Mn-0.8Ni-0.49Mo-0.15Si, coulée de laboratoire, homogénéisé à 1150 °C pendant 12 h, forgé, austénitisé à 900 °C pendant 2 h, refroidi à l'air, puis revenu à différentes températures pendant 2 h.

17. Acier Fe-0.39C-4.09Ni-2.05Si, coulée de laboratoire, austénitisation à 880 °C pendant 0,5 h, transformation isotherme à 380 °C pendant 2 h puis revenu à 400 °C pendant différentes durées comprises entre 0,5 h et 3 h.



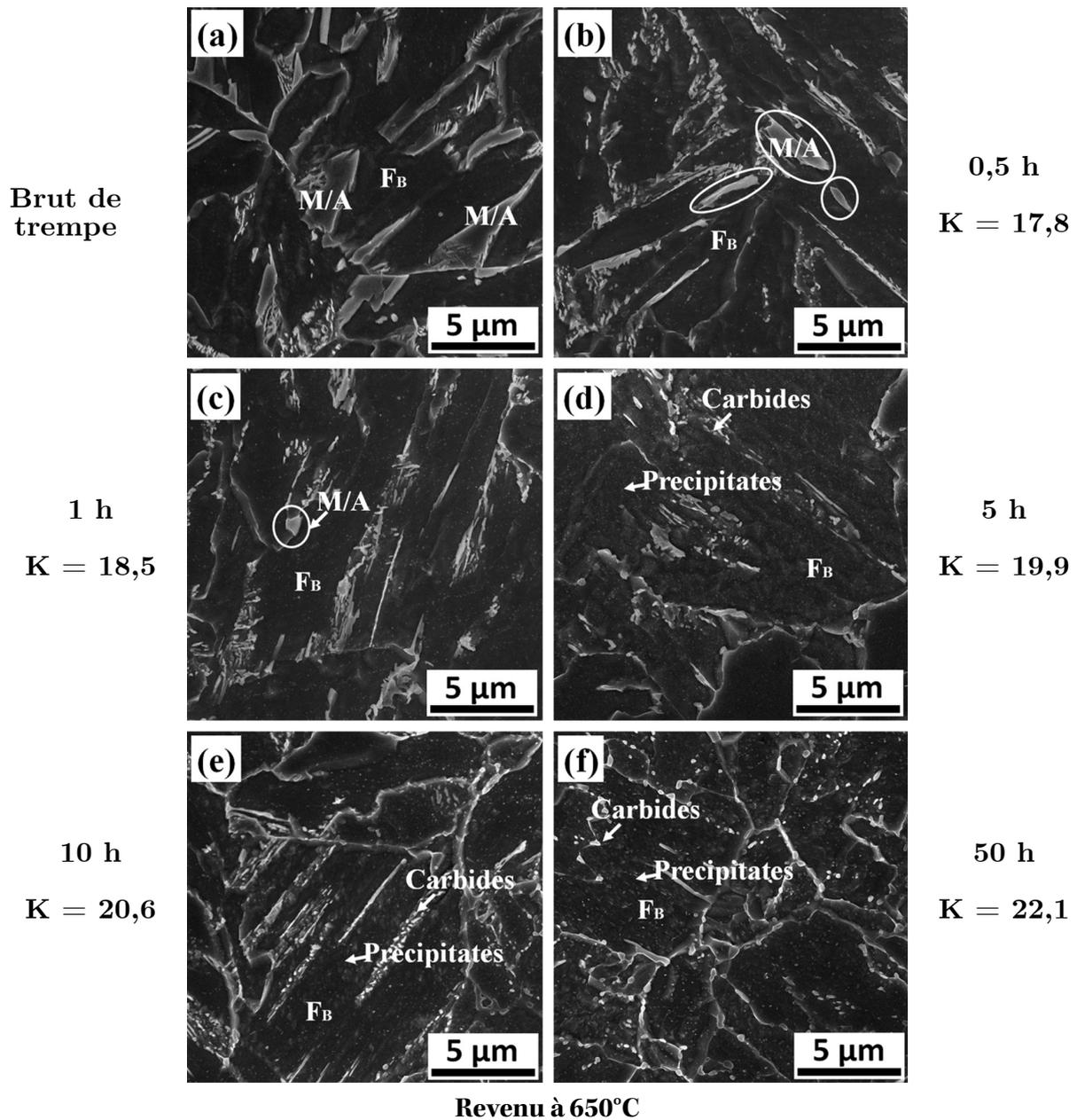


FIGURE 1.31 – Évolution des composés MA d'un acier de cuve en fonction de la température et de la durée du revenu. Acier 0.17C-1.41-Mn-0.82Ni-0.51Mn-0.13Cr-0.17Si-0.03Cu-0.011Al d'origine industrielle austénitisation à 900 °C pendant 5 h après chauffage à 60 °C·h⁻¹, refroidi à 3600 °C·h⁻¹. Le matériau a ensuite été revenu à différentes conditions de temps et de température (C. LI et al., 2016; C. W. LI et al., 2016).

Pour un *constituant secondaire martensitique*, le lecteur pourra se référer au paragraphe 2.3.2 sur le [revenu de la martensite](#). On pourra retenir qu'un constituant martensitique se décompose en un mélange de ferrite et de cémentite globulaire (C. LI et al., 2016).

Les autres catégories de constituants secondaires comme la perlite dégénérée sont des struc-

tures présentant déjà un certain équilibre, y compris dans le domaine de température de revenu. Le revenu n'aura donc que peu d'effet si ce n'est sur les carbures dans la mesure où les paramètres de revenu ne permettent pas d'affecter les interfaces, ce qui est le cas de notre étude.

Évolution des carbures bainitiques lors du revenu Ferrite bainitique ou constituants secondaires forment des carbures lors de la trempe ou de leur revenu. Lors du revenu, ces carbures de la microstructure se transforment pour tendre vers l'équilibre thermodynamique : leur taille, leur localisation et leur nature changent. Ce processus de transformation comprend en général plusieurs phases intermédiaires. On appelle l'enchaînement des phases de carbures lors d'un revenu la séquence d'évolution. La connaissance de l'évolution des carbures est importante car certains carbures ou certaines morphologies peuvent avoir des effets bénéfiques ou délétères pour les propriétés du matériau. Par exemple, les carbures sont considérés comme de potentiels initiateurs du clivage (S. LEE et al., 2002) ou les carbures Mo_2C qui précipitent en une fine dispersion dans les grains ont un effet renforçant (BHADESHIA et HONEYCOMBE, 2017).

La séquence d'évolution des carbures dans les aciers de cuve n'a pas été définie avec précision. Des auteurs ont caractérisé certains carbures dans certaines conditions de revenu spécifiques, mais aucune étude expérimentale exhaustive n'a été menée. Nous essayerons de donner les carbures identifiés aux conditions de revenu disponibles afin de donner une idée de la nature des carbures qui précipitent lors du revenu des aciers de cuve. Une étude bibliographique et expérimentale d'alliage modèles proches des aciers de cuve a été faite par Benarosch (BENAROSCH, 2021). Nous reprenons ici les caractéristiques cristallographiques des différents carbures pouvant exister dans les aciers de cuve au tableau 2.3.3 tel que le présente Benarosch. Du point de vue expérimental, Li¹⁸, dans deux articles sur l'effet de la température (C. LI et al., 2016) et la durée (C. W. LI et al., 2016) du revenu, n'observe que de la cémentite sur brut de trempe et dans les premières étapes du revenu puis l'apparition de carbures Mo_2C au sein de la ferrite bainitique. Aucun autre type de carbure n'est relevé. D'autres auteurs ont observé la même chose (S. KIM, B. HWANG et al., 2003). Ceci est en contradiction avec les observations de Naylor¹⁹ (NAYLOR et GUTTMANN, 1981) qui, bien qu'observant de la cémentite et des carbures Mo_2C , relève aussi la formation de carbures $M_{23}C_6$ grossiers d'une taille micrométrique aux joints de grains (et plus particulièrement aux points triples) après un revenu prolongé (670 °C pendant 120 h, $K = 22.09$). On notera cependant qu'il s'agit d'un revenu bien particulier destiné à fragiliser le matériau et que les points triples ont peut-être un équilibre différent de celui de la composition globale. On donne un exemple de morphologie de ces carbures dans la figure 1.33. Leur composition est par ailleurs enrichie en molybdène et, dans une moindre mesure, en manganèse et chrome. Naylor note d'ailleurs que la formation de Mo_2C se fait au détriment de la cémentite qui disparaît pour des revenus longs (670 °C pendant 120 h), ce qui est également observé par Im (IM, OH et al., 2001). Gupta²⁰ n'observe que de la cémentite pour des revenus

18. Acier de cuve 0.17C-1.41-Mn-0.82Ni-0.51Mn-0.13Cr-0.17Si-0.03Cu-0.011Al d'origine industrielle austénitisation à 900 °C pendant 5 h après chauffage à 60 °C · h⁻¹, refroidi à 3600 °C · h⁻¹. Le matériau a ensuite été revenu à différentes conditions de temps et de température comprises entre $K = 17.8$ et $K = 22.1$.

19. Acier 0.11C-1.35Mn-0.49Ni-0.47Mo-0.3Si-0.1Cr, origine industrielle, austénitisation à 940 °C pendant 1 h puis trempé à 29 727 °C · h⁻¹, 4327 °C · h⁻¹ ou 1127 °C · h⁻¹ et revenu à 670 °C pendant 120 h.

20. Acier 0.2C-1.38Mn-0.52Ni-0.30Mo-0.24Si-0.06Cr, austénitisé à 920 °C pendant 1 h ou 6 h et trempé à l'eau,

typiques du traitement thermique de qualité (GUPTA et al., 2022), cependant l'identification des carbures ayant été faite par diffraction des rayons X, ce résultat reste à considérer avec recul car il n'observe pas du tout de carbures Mo_2C , ce qui est en contradiction avec tous les autres auteurs. Il relève par contre la présence de carbures ξ riches en molybdène (20 % en atomique contre 1.2 pour la cémentite dans cette étude). JIN et al. (2008)²¹ observent après un revenu de 650 °C pendant 1 h ($K = 18.46$) des carbures Mo_2C et des carbures ξ . Selon eux, les carbures Mo_2C se décomposent pour former des carbures ξ plus stables. Plusieurs auteurs ont également tenté de déterminer les carbures à l'équilibre (GUPTA et al., 2022; JIN et al., 2008). Pour récapituler, il semble que les carbures présents dans la microstructure brute de trempe soient surtout de la cémentite. La cémentite ne semble pas être stable thermodynamiquement dans les conditions de revenu pour certains auteurs et se transforme en Mo_2C (partiellement sur les durées de revenu étudiées) et en $M_{23}C_6$, la présence de ce dernier carbure restant à confirmer dans le cas général. La figure 1.32 replace les observations décrites en fonction des paramètres de revenu.

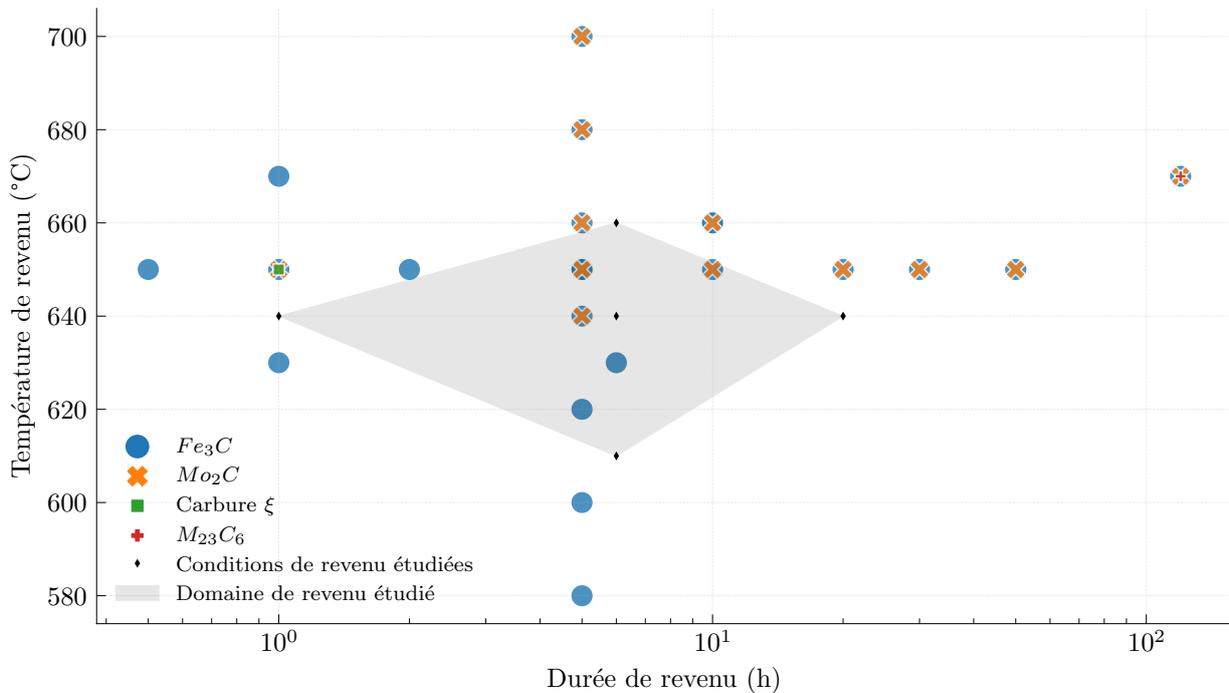


FIGURE 1.32 – Récapitulatif des observations de carbures de la littérature en regard des conditions étudiées durant la thèse. Les carbures $M_{23}C_6$ sont observés pour la durée de revenu la plus longue.

revenu à 630 °C pendant 1 h.

21. Acier SA508 Gr.3 0.19C-1.35Mn-0.82Ni-0.51Mo-0.17Cr-0.009Al-0.008Si. Coulée de laboratoire et forgeage. Traitement thermique final : homogénéisation à 910 °C pendant 9 h, revenu à 650 °C pendant 9 h, austénitisation à 880 °C pendant 8 h, trempe et revenu à 650 °C pendant 1 h.

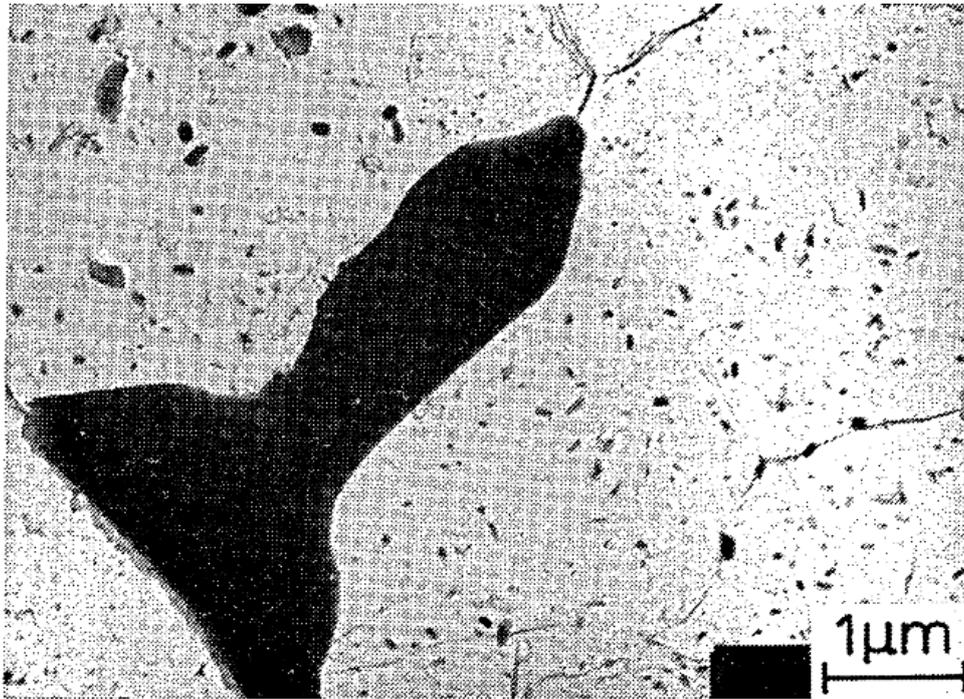


FIGURE 1.33 – Morphologie d'un carbure $M_{23}C_6$ observé sur une réplique carbone. Acier 0.11C-1.35Mn-0.49Ni-0.47Mo-0.3Si-0.1Cr, origine industrielle, austénitisation à 940 °C pendant 1 h puis trempé à 4327 °C · h⁻¹, revenu à 670 °C pendant 120 h. (NAYLOR et GUTTMANN, 1981).

On observe également un changement de la morphologie et de la taille des carbures au cours du revenu. Ceux-ci ont tendance à grossir au fur et à mesure du maintien en température (HAVERKAMP et al., 1984; GUPTA et al., 2022; NAYLOR et GUTTMANN, 1981). NAM (1999) compare l'évolution de la taille des particules de cémentite pour la martensite et la bainite : la taille moyenne des carbures augmente quelle que soit leur localisation ou la microstructure à laquelle ils appartiennent. Par ailleurs, la morphologie des carbures tend à se globuliser au fil du revenu (C. LI et al., 2016). Ainsi, bien qu'un carbure Mo_2C précipite sous forme d'aiguilles, Naylor les observe avec une morphologie globulaire après un revenu prolongé (NAYLOR et GUTTMANN, 1981). La figure 1.31 donne un aperçu de ce phénomène dans le cas de la décomposition d'un composé MA.

Concernant la taille typique des carbures trouvés dans les aciers de cuve, l'étude²² de S. LEE et al. (2002) montre que la majeure partie d'entre eux ont des tailles inférieures à 500 nm. WU et al. (2014) trouvent également des valeurs similaires. Dans le cas des aciers de l'étude, il ne semble pas exister d'étude plus précise sur la précipitation, la taille des carbures et la localisation des carbures, notamment aux joints de grains.

Il faut noter également que la cémentite qui peut se former durant la transformation bainitique n'est pas à sa composition d'équilibre. Sa composition en éléments d'alliage est proche de la composition de la matrice ferritique avoisinante. Ainsi il a pu être noté que la cémentite s'enrichit notamment en Mn, Cr et Mo durant le revenu jusqu'à ce que des carbures alliés puissent se former avec ces éléments, ce qui entraîne un appauvrissement de la cémentite en

22. Acier de cuve SA508 0.18C-1.46Mn-0.10Si-0.006P-0.003S-0.86Ni-0.15Cr-0.51Mo-0.004V-0.03Cu-0.008Al. Traitement thermique typique jusqu'au revenu du *TTQ*.

| Carbure | Structure | Gr. d'espace | Paramètres de maille (Å) | Composition | Morphologie (à la précipitation) | Localisation |
|------------------|--------------------------|--------------|---|--------------------------------------|----------------------------------|--|
| Cémentite M_3C | Orthorhombique | Pnma | $a = 4.526 - 4.544$ $b = 5.091 - 5.105$ $c = 6.743 - 6.785$ | Fe_3C , Mn_3C , $(Fe, Mn)_3C$ | Bâtonnets grossiers | Interlamelle et Intralatte, aux joints de grain γ |
| M_7C_3 | Orthorhombique | Pnma | $a = 4.537 - 4.543$ $b = 6.892 - 6.954$ $c =$ 11.913 – 11.973 | $(Mn, Fe)_7C_3$ | | |
| $M_{23}C_6$ | Cubique à faces centrées | Fm-3m | $a = 10.52$ | $Fe_{21}Mo_2C_6$ | Forme grossière | Joints, points triples |
| M_6C | Cubique à faces centrées | Fd-3m | $a =$ 11.114 – 11.260 $a = 10.8585$ $b = 7.6683$ $c = 6.5568$ $\beta = 120.96$ | Fe_4Mo_2C à Fe_3Mo_3C | | |
| Carbure ξ | Monoclinique | C2/m | $a = 4.732$ $b = 5.204$ $c = 6.037$ | $FeMo_2C$ | | |
| M_2C | Orthorhombique | Pbcn | $a = 3.0124$ $c = 4.7352$ | Mo_2C | Aiguilles ou bâtonnets fins | Au sein de la ferrite |
| M_2C | Hexagonale | P63/mmc | $a = 2.932$ $c = 10.970$ | Mo_2C | Aiguilles ou bâtonnets fins | Au sein de la ferrite |
| MC | Hexagonale | P63/mmc | | MoC | | |

TABLE 1.7 – Caractéristiques cristallographiques des différents carbures que l'on peut trouver dans les aciers de cuve ou similaires (BENAROSCH, 2021; NAYLOR et GUTTMANN, 1981).

éléments d'alliage (BHADESHIA, 2015).

Conclusions de la section

Nous avons pu présenter les microstructures et notamment la structure bainitique qu'il est possible de retrouver dans l'acier de l'étude. Alors que les microstructures issues de transformation isothermes sont bien décrites, la microstructure bainitique des aciers de cuve et son évolution au cours du revenu restent mal couvertes par la littérature. La séquence de précipitation de ce type d'acier, pourtant très utilisé, n'est pas bien définie. Ce type de matériau présente également des ségrégations que nous n'avons pas traitées ici mais où la littérature est là aussi peu abondante.

3 Rupture fragile transgranulaire par clivage

Nous avons présenté les différentes microstructures qu'il était possible d'obtenir lors du traitement thermique d'un gros composant forgé. Nous allons à présent examiner la rupture fragile par clivage transgranulaire. Nous commencerons par décrire la rupture fragile et le mécanisme de clivage transgranulaire. Puis nous verrons comment la microstructure intervient au cours du mécanisme de rupture. Enfin, nous présenterons quelques tentatives de modélisation de ce phénomène.

Les matériaux à structure cubique centrée comme les aciers de cuve présentent deux modes de rupture, un mode de rupture stable à haute température appelé rupture ductile et un mode de rupture instable et brutal à basse température appelé rupture fragile. Ces caractéristiques en font un mode de rupture critique à contrôler. Il existe un domaine de température, appelé *transition ductile fragile*, dans lequel les deux modes de rupture coexistent. Il est caractérisé par une très forte dispersion des résultats d'essais mécaniques (résilience et ténacité notamment), ce qui rend l'évaluation des propriétés délicates. La figure 1.34 illustre ces caractéristiques dans le cas de l'essai de résilience. Dans le cas des aciers de cuve, il existe deux mécanismes physiques de rupture fragile : la rupture fragile intergranulaire et la rupture fragile par clivage transgranulaire. La rupture intergranulaire a été déjà étudiée par d'autres auteurs (CARASSOU et al., 1998 ; CARASSOU, 2000 ; RENEVEY, 1998) et n'est pas le mode de rupture fragile observé pour notre matériau. Nous nous focaliserons donc sur le clivage transgranulaire dans le domaine fragile et dans la première moitié de la transition ductile-fragile.

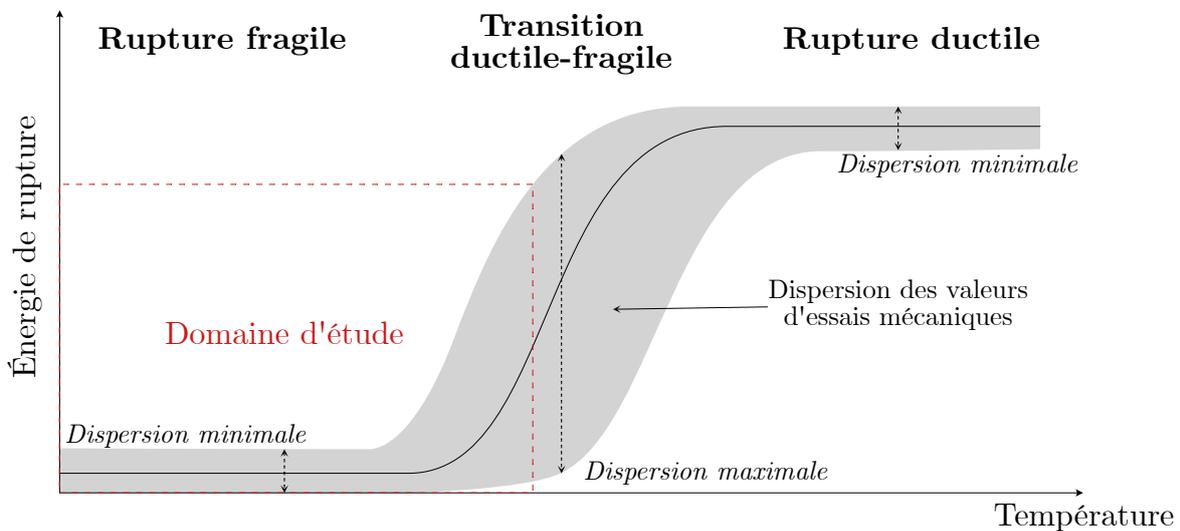


FIGURE 1.34 – Schéma représentatif de l'évolution de l'énergie de rupture et de la dispersion des résultats d'essais mécaniques en fonction de la température.

3.1 Comment évaluer la résistance à la rupture du matériau ?

Avant de pouvoir étudier la rupture fragile, il nous faut d'abord connaître les grandeurs mesurées pour évaluer la résistance à la rupture d'un matériau. Ces propriétés sont d'autant plus importantes qu'elles sont utilisées dans les spécifications, notamment le code *RCC – M*. Dans cette thèse, nous étudions la résilience et la ténacité.

3.1.1 Résilience

La résilience correspond à la capacité d'un matériau à absorber l'énergie lors d'un choc avant de rompre. Cet essai est réalisé, par exemple, à l'aide d'un mouton Charpy. Il donne plusieurs informations au-delà de l'énergie absorbée. Cet essai permet notamment de déterminer la *transition ductile-fragile* d'un matériau (voir figure 1.34). Il existe des températures typiques qui permettent de comparer les matériaux, ainsi par exemple TXJ correspond à la température où la courbe de transition ajustée sur les essais atteint XJ . Le lecteur pourra se référer à l'annexe 1 pour plus de détails sur cet essai.

3.1.2 Ténacité

La ténacité mesure la capacité du matériau à résister à la propagation instable d'une fissure à partir d'un défaut existant. Il consiste en un chargement d'une éprouvette préfissurée. On pourra se référer à l'annexe 3 pour plus de détails sur cet essai. La mesure de la ténacité du matériau repose sur une approche dite globale de la rupture : la résistance à la rupture est quantifiable par des grandeurs macroscopiques comme K_{Ic} , l'intégrale J ou le $CMOD$. Le matériau est considéré comme un ensemble homogène et les considérations locales comme la microstructure sont absentes.

Les essais de ténacité peuvent également être réalisés en fonction de la température et permettent de définir une courbe maîtresse, appelée "Master Curve". Cette approche, définie par Wallin, est basée sur des considérations statistiques de la rupture fragile (WALLIN, 1984; WALLIN, 1985; WALLIN, 1991; WALLIN, 1993b). Elle est devenue une norme communément utilisée, entre autres, pour caractériser les aciers de cuve (ASTM-E1921-02, 1997). La *Master Curve* repose sur l'hypothèse que la dépendance en température et la dispersion des résultats d'essais de ténacité peuvent être résumés par les équations suivantes. Pour une température donnée, la dispersion des essais est décrite par l'équation 1.13 (WALLIN, 1993a).

$$P(K_I \geq K_{Ic}) = 1 - \exp\left(-\left[\frac{K_I - K_{\min}}{K_0(T) - K_{\min}}\right]^4\right) \quad (1.13)$$

La grandeur K_{\min} est une valeur minimale de ténacité théorique, K_0 est une valeur de normalisation dépendant de la température. Il s'agit de la valeur du facteur d'intensité des contraintes à 63,2% de probabilité et $K_0 \approx 1.1\overline{K_{Ic}}$, où $\overline{K_{Ic}}$ représente la ténacité moyenne. Pour les aciers ferritiques de structure comme les aciers de cuve, la dépendance en température de la ténacité est rendue au travers de la relation empirique 1.14 :

$$K_0(T) = 31 + 77 \exp(0.019(T - T_0)) \quad (1.14)$$

La température T_0 est définie comme une température de transition à laquelle la ténacité moyenne d'un échantillon de 25,4 mm d'épaisseur vaut $\overline{K_{Ic}} = 100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ou $K_0 = 108 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (WALLIN, 2010). Les valeurs de ténacité sont en général normalisées à 25,4 mm (épaisseur $1T$, c'est-à-dire 1 pouce) en utilisant l'équation 1.15 où B et B' représentent des épaisseurs d'éprouvette.

$$K_{B'} = K_{\min} + (K_B - K_{\min}) \left(\frac{B}{B'} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (1.15)$$

La figure 1.35 représente la *Master Curve* et la densité de probabilité associée. Le lien entre ténacité et résilience est un sujet complexe. On remarquera dans un premier temps que la norme ASTM donne une relation empirique pour estimer la température d'essai pour déterminer T_0 : $T_0 = T_{41J} - 34$ pour une éprouvette de type CT12.5 (E1921-15AE1, 2015). BERDIN et al. (2007) rappelle que ces deux mesures sont fondamentalement différentes bien que liées. La ténacité caractérise les champs de contrainte et de déformation en pointe de fissure tandis que la résilience traduit l'énergie absorbée lors de la déformation plastique et de la rupture. Il existe des relations empiriques comme celle proposée par WALLIN (1989) :

$$T_0 = T_{28J} - 18 \quad (1.16)$$

YU et al. (2015) ont réalisé une étude de comparaison des différentes relations qu'un lecteur intéressé pourra consulter. Le lien entre ces deux propriétés peut être fait au travers du calcul par éléments finis, ce qui ne concerne pas notre étude (voir par exemple les travaux de ROSSOLL (1998) et ROSSOLL et al. (2002)).

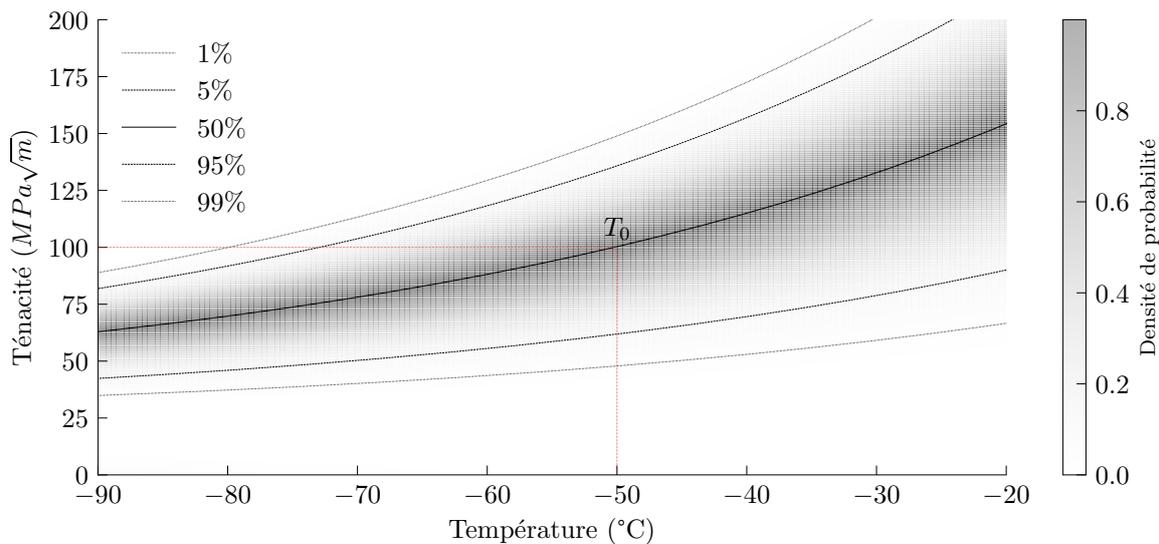


FIGURE 1.35 – Schéma représentatif de la Master Curve pour $T_0 = -50^\circ\text{C}$

3.1.3 Enjeux de l'évaluation des propriétés à rupture

L'objectif des essais mentionnés est de qualifier les composants de structure et de les valider en termes de sûreté. Cependant, ces mesures montrent un certain nombre de limites :

- La ténacité et la résilience présentent une très forte dispersion de leurs résultats d'essais dans la transition ductile fragile. Cette dispersion est liée au caractère aléatoire de la rupture fragile. La résistance intrinsèque du matériau à la rupture n'est donc pas représentée par une mesure individuelle mais plutôt par une distribution ou les grandeurs qui représentent ces distributions.

- La distribution des valeurs de la ténacité dépend du type d'éprouvette utilisée. En fonction du volume sollicité, les résultats varient : plus le volume sollicité est petit, plus la ténacité moyenne est élevée et les valeurs dispersées. Les résultats dépendent également de la longueur de la préfissure. Le lecteur pourra trouver un bon exemple des effets de taille dans l'étude de BEREJNOI et al. (2015).
- Ces approches purement mécaniques ne prennent pas en compte la microstructure et posent donc un problème lors de la qualification de pièces massives dont la microstructure et les propriétés varient spatialement.

L'approche locale de la rupture a été développée, entre autres, pour répondre à ces difficultés. Il s'agit de faire le lien entre microstructure, mécanismes de rupture et champs de contraintes-déformations afin de pouvoir décrire la réponse du matériau à la rupture fragile. Ainsi, pour maintenant comprendre le lien entre propriétés à rupture (dans le bas du domaine de la transition ductile fragile) et la microstructure et dégager des propriétés à rupture intrinsèques au matériau, il nous faut à présent décrire les mécanismes de la rupture fragile.

3.2 Description phénoménologique du mécanisme de rupture par clivage

La rupture par clivage correspond à la décohésion du cristal suivant un plan cristallin donné. Pour les structures cubiques centrées, le clivage se fait le long des plans $\{100\}_\alpha$. Le long du plan, les liaisons interatomiques se rompent et l'on peut estimer, dans le cas d'un cristal parfait, la contrainte théorique de clivage, appelée contrainte de séparation, donnée par l'équation 1.17 :

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{d_0}} \quad (1.17)$$

Où σ_s est la contrainte critique théorique nécessaire pour séparer deux plans cristallins, E est le module de Young, γ_s correspond à l'énergie de surface libre et d_0 la distance interréticulaire. En posant $E = 200$ GPa, $\gamma_s \approx 1$ J · m⁻², $d_0 = 0,3$ nm, nous obtenons $\sigma_s = 26$ GPa soit environ $\frac{E}{10}$.

Cette contrainte est bien supérieure aux valeurs typiques de contrainte à rupture que l'on trouve pour les aciers. Pour un acier de cuve, un essai de traction sur éprouvette axisymétrique entaillée à -160 °C donne une contrainte critique de rupture 1500 MPa (en ordre de grandeur). Cette différence s'explique par l'existence de mécanismes de concentration de la contrainte qui permettent très localement d'attendre des niveaux de sollicitation suffisants pour séparer les plans interatomiques et propager la microfissure ainsi formée.

Dans un matériau polycristallin, la rupture a ainsi lieu en plusieurs étapes (WALLIN et al., 1984) :

1. L'endommagement lié à la déformation plastique permet localement de former d'un *germe de clivage*, c'est-à-dire une microfissure.
2. La pointe de microfissure sert de concentrateur de contrainte et si la contrainte s'appliquant sur celle-ci est suffisamment élevée, elle peut se propager dans la matrice avoisinante.

3. Une fois que la fissure s'est propagée dans la matrice, elle peut franchir les barrières microstructurales et se propager dans tout le matériau.

En fonction du matériau et de la température, une étape peut avoir une contrainte critique plus élevée que les autres et contrôler alors le processus. Ces deux paramètres contrôlent également la nature des constituants microstructuraux qui agissent aux différentes étapes.

3.2.1 Germination d'une microfissure

Différents mécanismes de concentrations de contraintes qui peuvent mener à l'amorçage d'un clivage transgranulaire ont été proposés. Il s'agit de mécanismes qui conduisent à la formation d'une microfissure ou *germe de clivage* dans le matériau. Le lecteur remarquera que tous ces mécanismes se font grâce au mouvement des dislocations, ce qui implique un endommagement du matériau. Il faut également noter que ces mécanismes ont en général été établis pour des structures simples (aciers doux) et non des structures bainitiques.

- Mécanisme de Zener-Stroh. ZENER (1948) et Stroh STROH (1954) proposent que l'empilement des dislocations d'un grain au niveau d'un obstacle, comme un joint de grains, puisse conduire à une augmentation de la contrainte locale dans le grain adjacent au point de pouvoir ouvrir une microfissure.
- Mécanisme de Cottrell. Cottrell montre que la formation d'un germe de clivage et sa propagation peuvent se faire par la recombinaison de deux dislocations glissiles en une dislocation sessile (COTTRELL, 1958). Ce nouveau défaut grossit et forme un germe de fissure qui pourra se propager.
- Mécanisme de Smith. Smith a étudié l'amorçage du clivage à partir de particules fragiles (SMITH, 1966). Les dislocations s'empilent au niveau de ces particules au joint de grains. La particule se fissure par différence de déformation avec la matrice. L'empilement cause alors la propagation de la microfissure dans la matrice. Contrairement au mécanisme de Zener-Stroh, la contrainte critique dépend également de la taille du carbure.
- Les carbures et les inclusions sont des particules fragiles qui peuvent se fissurer sous l'effet de la différence de résistance à la déformation avec la matrice beaucoup plus ductile (PINEAU, 2006). La germination est notamment favorisée par une forte multiaxialité des contraintes. Le groupe BEREMIN (1981) a notamment proposé une expression de la contrainte critique de fissuration d'une particule fragile dans une matrice homogène et isotrope.

3.2.2 Propagation de la microfissure

3.2.2.1 Critère de Griffith

Griffith a établi un critère de propagation pour une fissure de forme circulaire ("penny-shape") de taille a , donné dans l'équation 1.18 (GRIFFITH, 1921).

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{\pi E \gamma_s}{2(1 - \nu^2)a}} \quad (1.18)$$

Le paramètre γ_s représente l'énergie de rupture, c'est-à-dire l'énergie de surface libre. Une fois la contrainte critique atteinte, la fissure peut se propager de façon brutale (si le chargement est constant). L'amorçage ou la propagation peuvent toutefois être inhibées par des mécanismes d'émoussement (relaxation) par glissement des dislocations. Le mode de rupture est alors gouverné par l'équilibre entre la facilité du matériau à rompre par clivage et celle à générer et propager des dislocations (MATHIEU, 2006).

3.2.2.2 Remarques sur l'énergie de surface libre γ_s

Le critère de Griffith comporte un terme correspondant à une l'énergie de surface. Derrière ce paramètre sont regroupés différents phénomènes : l'énergie associée à la surface libre formée et l'énergie dépensée pour créer les surfaces (déformation plastique, franchissement de barrières microstructurales ...). En effet, les travaux expérimentaux ont montré qu'il faut aussi inclure l'énergie dépensée pour créer les surfaces de rupture dans l'énergie de surface libre du matériau. Nous pouvons définir alors γ_e , l'énergie de surface effective comme la somme de l'énergie de surface γ_s , et le travail w_p , c'est-à-dire l'énergie associée à la plasticité en pointe de fissure γ_p et l'énergie associée au franchissement des barrières microstructurales γ_b .

$$\gamma_e = \gamma_s + (\gamma_b + \gamma_p) = \gamma_s + w_p \quad (1.19)$$

A 0 K, l'énergie de surface (γ_s) pour les plans $\{100\}$ du fer cubique centré est estimée à $2,25 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ par simulation (BŁOŃSKI et al., 2004).

La dépendance de cette grandeur envers la température reste un sujet ouvert. À basse température, l'énergie de surface effective est considérée comme constante par certains auteurs. HAHN (1984) donne une valeur de $14 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. IM, B.-J. LEE et al. (2004) proposent une valeur de $12,4 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ à -196°C pour un acier 16MND5 et ORTNER et al. (2005) utilisent une valeur de $7 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. MATHIEU et al. (2010) proposent une énergie de surface effective qui dépend de la température en reprenant une approche de WALLIN et al. (1984). En effet, le terme w_p est associé à des mécanismes de plasticité qui sont activés thermiquement et impliquent donc une dépendance envers la température.

$$\gamma_e = 2.15 + 1.53 \exp(0.009(T[^\circ\text{C}] + 273.15)) \quad (1.20)$$

HAUSILD (2002) a estimé l'énergie de surface à partir du critère de Griffith pour un carbure de $2 \mu\text{m}$ dans la zone d'amorçage et obtient une valeur de $8,9 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. BOWEN et al. (1986), en corrélant contrainte critique et taille du carbure, obtiennent des valeurs de $7 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ à $9 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ pour γ_p . Certains modèles d'approche locale comme le modèle MIBF, que nous présenterons à la fin du chapitre, sont ajustés au travers de la valeur d'énergie de surface effective : (REN et al., 2020) trouve $\gamma_p = 11,7 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ (FORGET et al., 2016) $\gamma_p = 8,18 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. Le graphique de la figure 1.36 résume les différentes valeurs utilisées.

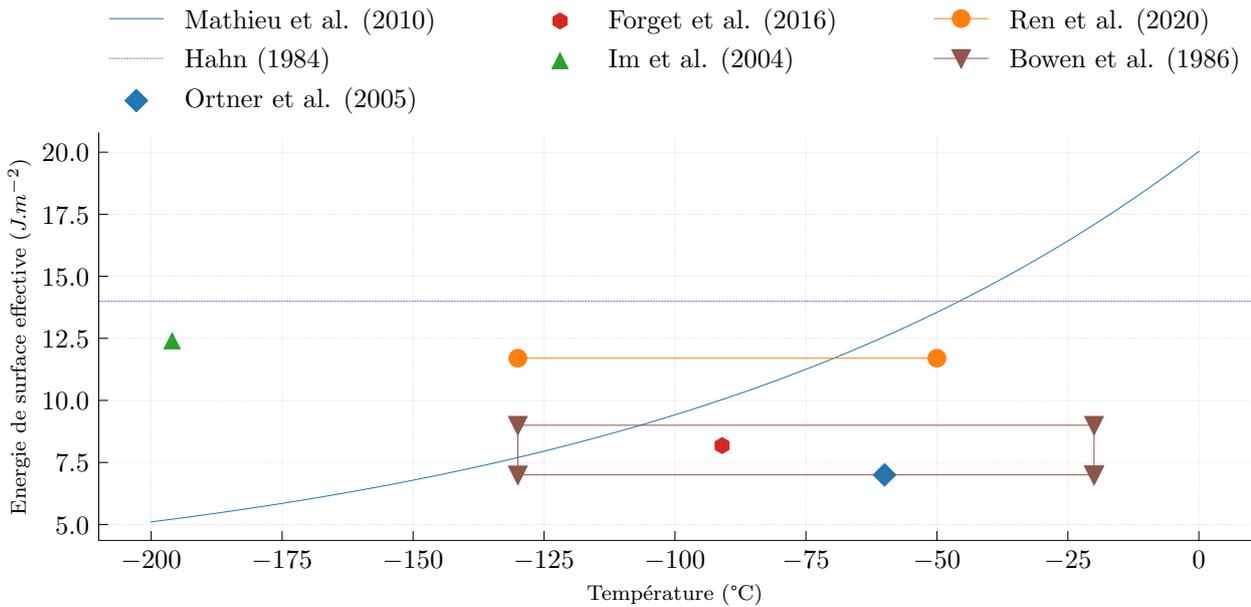


FIGURE 1.36 – Valeurs d'énergie de surface utilisées par différents auteurs, d'après (MATHIEU et al., 2010).

3.2.3 Propagation à plus grande échelle, franchissement des barrières microstructurales

Pour des matériaux polycristallins, la propagation de la fissure peut être interrompue par certains obstacles microstructuraux comme les joints de grains. Une fois que le premier grain a rompu, la fissure doit franchir les joints. Le clivage correspondant à la séparation de deux plans cristallins, un joint entre deux grains désorientés l'un par rapport à l'autre représente une barrière énergétique plus ou moins grande en fonction de la désorientation des deux grains.

3.3 Rupture par clivage des aciers de cuve

Nous pouvons à présent ajouter à cette description phénoménologique du clivage la description de ses caractéristiques dans le cas des aciers de cuve et plus généralement des aciers ferritiques de structure.

3.3.1 Étape déterminante du clivage

Il nous faut tout d'abord aborder la question du contrôle du clivage : dans le cas des aciers de cuve et pour les conditions d'étude, quelle est l'étape critique ? Pour les matériaux métalliques, la déformation plastique a lieu avant toute rupture par clivage, la concentration de contraintes se fait par l'empilement de dislocations couplée avec la présence de nombreuses hétérogénéités comme des carbures ou des inclusions (FRANÇOIS et al., 2013). L'étape critique du clivage dépend de la température (CHEN et al., 1997).

À très basse température, le clivage semble être contrôlé par l'amorçage des microfissures (LAMBERT-PERLADE, GOURGUES, BESSON et al., 2004 ; MARTÍN-MEIZOSO et al.,

1994; CHEN et al., 1997).

MATHIEU et al. (2010) ont repris différentes valeurs d'énergie de surface effective associée à des microstructures bainitiques et ferritiques et ont pris en compte les distributions de taille des constituants microstructuraux. Ils estiment que l'étape limitante, en termes de contrainte critique, est la propagation d'une microfissure à partir d'un carbure (plus généralement d'une particule fragile de seconde phase). Ils rappellent cependant qu'il s'agit d'une estimation très dépendante du mode d'obtention des valeurs d'énergie de surface effective. HAUSILD, BERDIN et al. (2005) ont réalisé des essais de traction sur éprouvette axisymétrique entaillée et utilisé la technique d'émission acoustique pour étudier l'endommagement pré-rupture. Ils notent qu'il est très difficile de séparer la germination de la propagation avant fissure, observation corroborée selon eux par l'absence de facette isolée sur les faciès. Nous noterons que l'émission acoustique est une technique qui a fait ses preuves pour LAMBERT-PERLADE, GOURGUES, BESSON et al. (2004) dans le cas d'un mécanisme contrôlé par le franchissement des barrières microstructurales pour des microstructures bainitiques (dans la partie supérieure de la transition ductile-fragile). Il semble donc que, dans le cas d'étude de la thèse, c'est-à-dire la partie inférieure de la transition ductile-fragile, l'étape déterminante soit la propagation des microfissures dans la matrice environnante. Ce postulat est d'ailleurs partagé par de nombreux auteurs (ODETTE et al., 2003; KROON, 2005; BORDET et al., 2005; CHEN et al., 1997).

3.3.2 Aspect des faciès de rupture

Dans le cas d'un matériau polycristallin, les éprouvettes rompues par clivage vont présenter macroscopiquement un aspect lisse et brillant. Vu en microscopie, le faciès garde la trace de la propagation de la fissure. La surface de rupture est faite de *facettes* de clivage quasi lisses séparées parfois par une déchirure ductile. Une *facette* est une portion de la surface de rupture sur laquelle la fissure ne présente pas de déviation importante, sachant que la fissure ne se propage que sur certains plans cristallins spécifiques. Elle correspond en général à un type d'élément microstructural particulier, une orientation cristalline qui change peu, comme des paquets bainitiques par exemple. La rupture par clivage se fait par propagation de facette en facette, c'est-à-dire d'élément microstructural en élément microstructural. La surface de rupture peut présenter quelques petites déchirures ductiles qui sont des ligaments formés lors de la propagation de facette en facette de la fissure : le trajet de la rupture n'étant pas rectiligne ni plan, il peut se trouver que les fissures de clivage doivent se rattraper l'une l'autre tout en étant à des hauteurs différentes, ce qui peut engendrer de petites déchirures ductiles entre les facettes là où les fissures se rejoignent. Il est possible d'observer également du clivage sur des plans géométriques fortement désorientés par rapport au plan de la surface de rupture ou encore de la rupture intergranulaire.

Dans le cas du clivage, il est possible de retrouver l'élément microstructural à l'origine de la rupture. En effet, lors de sa propagation, la fissure forme des motifs appelés "rivières de clivage" sur les facettes. Dans un matériau réel, le clivage ne se fait pas suivant un plan géométrique donné. Les défauts de la structure, les obstacles et les variations d'orientation dans le grain (notamment pour les structures bainitiques ou martensitiques) font que la fissure se propage sur

des plans géométriques différents, bien qu'appartenant à la même famille de plans cristallins. La fissure cherche le plan géométrique de propagation de moindre effort et cela peut conduire à la propagation de deux portions de la fissure sur deux plans géométriques parallèles. Au niveau de la jonction entre les différents plans géométriques, il se forme alors une *marche de clivage* qui est une petite déchirure ductile qui raccorde les deux plans de clivage. Nous avons représenté ce phénomène sur le schéma de la figure 1.37.

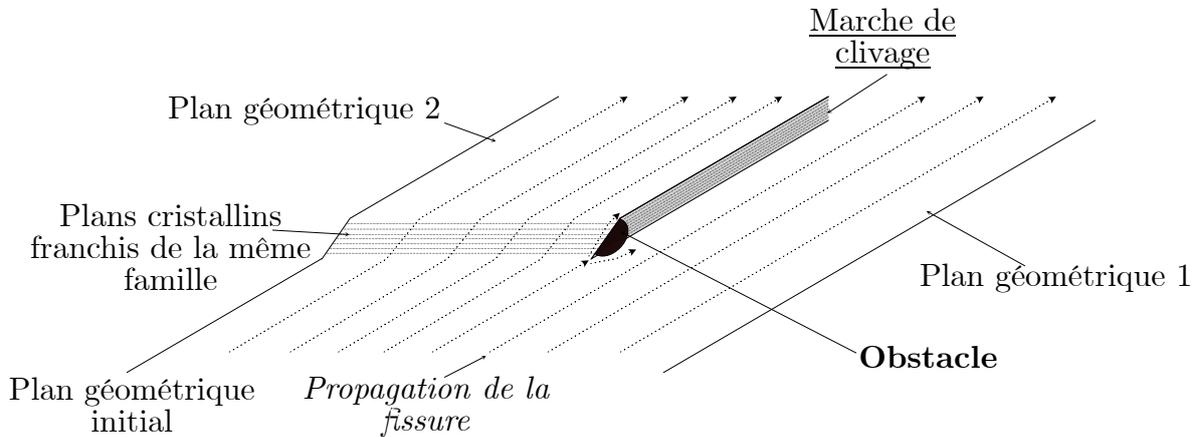


FIGURE 1.37 – Schéma de la formation d’une marche de clivage. Il faut noter que l’obstacle ici est une simplification et que le passage d’un plan géométrique à l’autre peut être beaucoup plus progressif.

Ces marches se font parallèlement à la propagation de la fissure dans le grain et on observe de ce fait un motif divergent de l’origine de la fissure de clivage vers ses extrémités. La figure 1.38 en donne un exemple. Les *marches de clivage* sont les lignes horizontales inclinées un peu blanches. Ces marches ont un motif divergent de gauche à droite. Ce motif est communément appelé *rivières de clivage*.

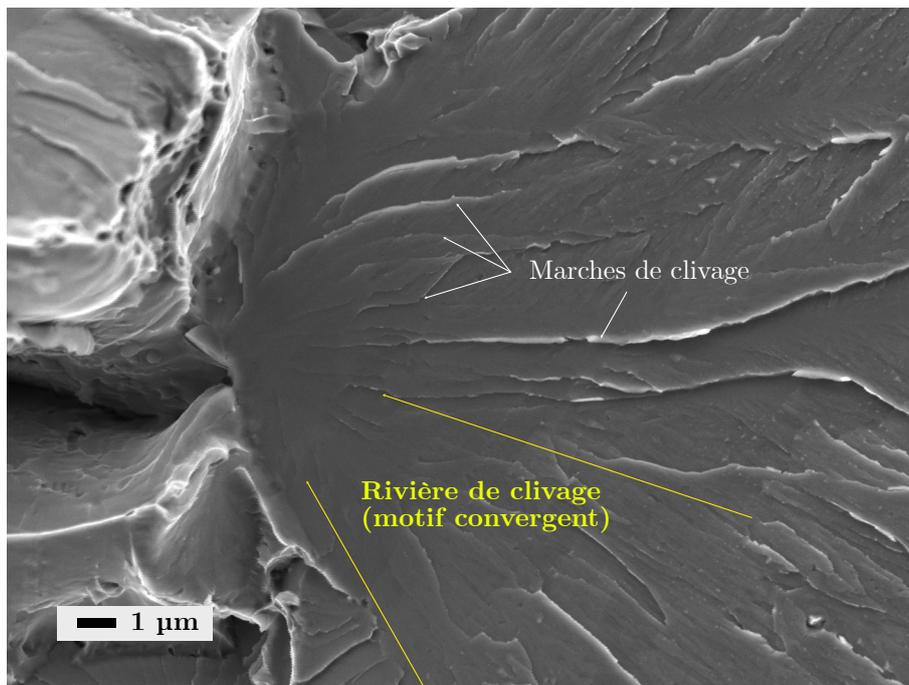


FIGURE 1.38 – Exemple de faciès de rupture d'un grain. Matériau de thèse, imagerie en mode électrons secondaires.

Nous pouvons alors remonter le long des rivières de clivage pour retrouver l'origine de la rupture fragile : il suffit de revenir au point convergent de chaque facette, qui correspond au début de sa rupture, et de voir si l'on trouve dans le grain voisin l'extrémité divergente du motif. Si c'est le cas, il suffit de passer à cette facette et de répéter l'opération jusqu'à trouver le point qui ne peut pas être expliqué par la rupture de ses voisins. Cette méthode est illustrée sur la figure 1.39.

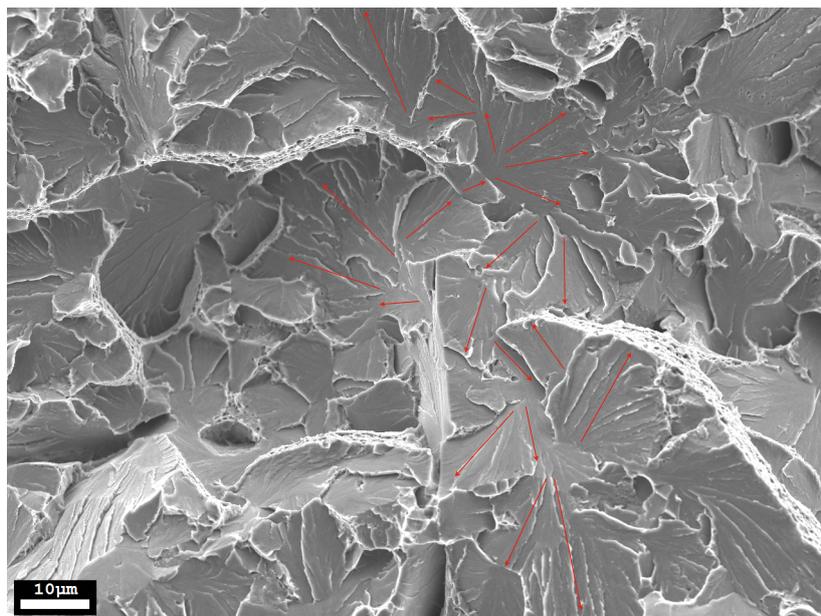


FIGURE 1.39 – Exemple de faciès de rupture d'un grain. Matériau de thèse, observation aux électrons secondaires.

3.3.3 Amorçage de la rupture fragile

3.3.3.1 Nature de l'amorçage

Il est communément admis que l'amorçage des aciers ferritiques de structure se fait sur des particules fragiles de seconde phase (carbure, inclusions).

Plusieurs auteurs ont étudié l'amorçage du clivage d'aciers bainitiques faiblement alliés trempés revenus. ROSSOLL (1998), MÄNTYLÄ et al. (1999), RENEVEY (1998) et CARASSOU (2000) ont étudié, entre autres, l'amorçage de la rupture fragile d'un acier 16MND5²³. Leurs travaux montrent le rôle important des sulfures de manganèse, MnS , dans l'amorçage de la rupture fragile. Les agrégats de MnS sont à l'origine d'une forte concentration de contraintes qui va provoquer l'amorçage. Sous l'effet du chargement mécanique, ces inclusions vont permettre la formation de cavités. L'agrégat de ces cavités va localement augmenter la contrainte et provoquer la rupture fragile par clivage. Il faut toutefois noter que cette étude se base sur une composition plutôt riche en soufre (0,008 % en masse), ce qui rend difficile la généralisation des observations faites. ROSENFELD et SHETTY (1983) et ROSENFELD, SHETTY et SKIDMORE (1983) observent^{24 25} des amorçages à partir surtout de MnS , mais aussi de carbures supposés, bien que les possibilités des MEB de l'époque ne puissent pas nous permettre de les voir clairement. Ils remarquent également que certains amorçages ont lieu au niveau des bords de facettes, c'est-à-dire de joints de grains. Ce rôle important des sulfures de manganèse n'est d'ailleurs pas observé par tous les auteurs (MATHIEU, 2006; NARSTRÖM et al., 1999). Ainsi TANGUY (2001)²⁶ observe plusieurs types d'amorçage. Certains sites d'amorçage ne présentent pas d'éléments microstructuraux particuliers. Sur d'autres, l'amorçage peut être attribué à des particules fragiles comme des MnS ou des nitrures de titane. Il note également la présence de cavités de taille importante et de MnS allongés pour certains sites. Dans le cas d'essais de résilience, la température d'essai ne semble pas avoir d'effet sur la nature de l'amorçage. Pour HAUŠILD, BERDIN et al. (2005), l'amorçage à basse température se fait sur des MnS rompus ou décollés tandis qu'à haute température, ils n'observent pas d'amorce particulière et attribuent l'amorçage à un mécanisme induit par la déformation plastique sans donner de détails. Ce changement de mécanisme est notamment illustré par le changement des positions des sites d'amorçage à basse et haute température. À basse température, l'amorçage a lieu à environ 200 μm du front de préfiessure tandis qu'il a lieu à environ 50 μm du front de déchirure ductile à haute température. Par ailleurs, par simulation par éléments finis d'un volume contenant un défaut, ils montrent que la nocivité des MnS décroît avec l'augmentation de la température. Les carbures sont également identifiés comme des éléments microstructuraux susceptibles d'amorcer le clivage.

23. Acier de cuve 0.16C-1.37Mn-0.7Ni-0.5Mo-0.24Si-0.17Cr-0.008S-0.005P. Traitement thermique : deux austénitisations à 865 °C et 895 °C pendant 4,67 h suivies de trempe à l'eau, revenu à 630-645 °C pendant 7,5 h et enfin détensionnement à 610 °C pendant 8 h. Campagne sur éprouvettes de traction entaillées dans le domaine fragile.

24. ROSENFELD, SHETTY et SKIDMORE (1983) : Acier de cuve, éprouvettes de ténacité testées en conditions dynamiques dans la transition à 82 °C et 22 °C.

25. ROSENFELD et SHETTY (1983) : Acier de cuve, éprouvettes de ténacité testées dans la partie supérieure de la transition à 52 °C et 26 °C.

26. Acier de cuve 0.16C-1.33Mn-0.76Ni-0.51Mo-0.22Si-0.22Cr-0.004S-0.008P. Traitement thermique : TTP + TTQ + TTDS.

Les travaux de IM, B.-J. LEE et al. (2004)²⁷ semblent pointer vers un rôle important des carbures dans la rupture par clivage mais ne donnent pas de preuve expérimentale autre que des corrélations d'un mécanisme de rupture contrôlé par les carbures (corrélations entre les caractéristiques des carbures et les caractéristiques de la transition ductile-fragile). La synthèse de HAHN (1984) semble également indiquer que les carbures sont les initiateurs de la rupture : leur rupture forme une microfissure qui sert d'amorce à la fissure de clivage dans la matrice ferritique environnante. Une étude récente de CHEKHONIN et al. (2023) sur un acier SA508 Gr.3 (bainite supérieure au vu de la distribution des désorientations) identifie certains carbures aux joints de grains (bord de facette) comme étant les amorces de clivage privilégiées. Ils notent la spécificité de ces carbures et soulignent qu'il n'est pas pertinent de tenter de relier distribution de carbures globale et propriétés à rupture (comme l'étude de S. LEE et al. (2002) commentée par TANGUY, PINEAU et al. (2003)).

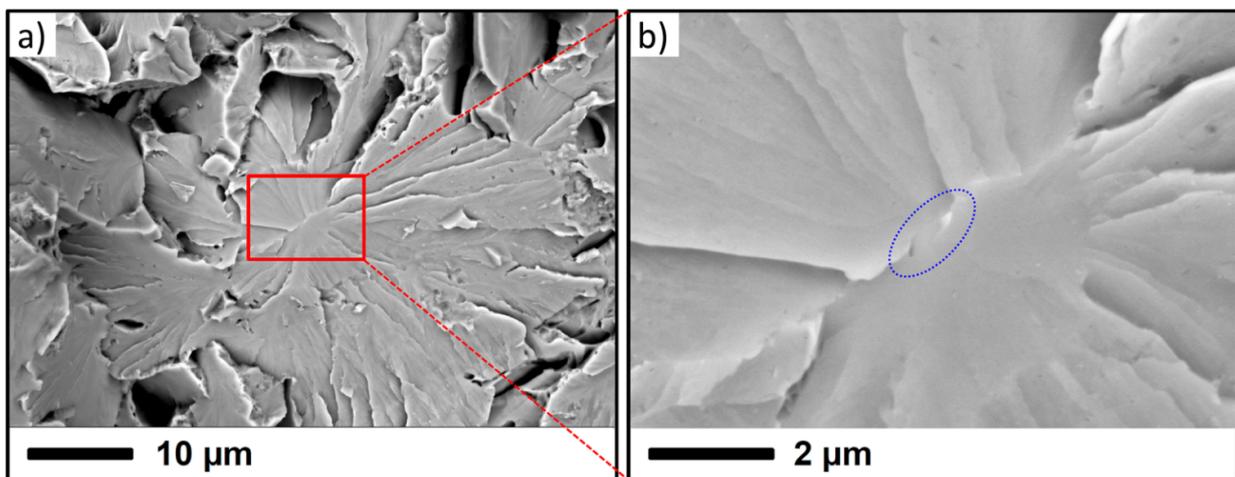


FIGURE 1.40 – Exemple d'amorçage du clivage par un carbure aux joints de grains. Fractographie d'une éprouvette mini-CT (CHEKHONIN et al. (2023)).

ECHEVERRIA et al. (2004) observent l'amorçage de la rupture fragile par des nitrures de titane, pour une structure bainitique supérieure et une structure ferrito-perlitique. Ils observent aussi un effet de la température d'essai : à basse température, la taille des particules d'amorce est significativement plus petite qu'à haute température (1 à 4 µm de différence). ORTNER et al. (2005) notent que même lorsqu'on ne retrouve pas de particule de seconde phase, il semble y avoir des traces chimiques de la présence d'inclusions. Pour un acier C-Mn, G. WANG et al. (2004) observent un amorçage sur inclusion. HONG et al. (2016)²⁸ indiquent que les carbures sont à l'origine de la rupture mais les fractographies présentées dans l'article laissent à penser que l'identification du site d'amorçage est incorrecte. NARSTRÖM et al. (1999)²⁹ remarquent que la majorité des sites d'amorçage sont localisés sur des joints de grains qu'ils affirment être d'anciens grains austénitiques.

27. Acier de cuve et aciers similaires avec des variations de la teneur en Mo, Ni et Mn pour contrôler la précipitation.

28. Acier de cuve SA508 Gr3. Cl.1 étudié en différents points de l'épaisseur d'un composant épais.

29. Acier 0.18C-0.92Mn-0.46Cr-0.57Mo-0.79Ni-0.11Cu-0.003S. Austénitisation à 1070 °C pendant 15-20 min, refroidissement à 50 K · min⁻¹.

Dans le cas des microstructures de zones affectées thermiquement par le soudage, l'amorçage se fait sur des composés MA fragiles, notamment au niveau des joints de grains (DAVIS et al., 1994; LAMBERT et al., 2000). FAIRCHILD et al. (2000) observent que les nitrures de titane peuvent amorcer la rupture. Ils notent la forte cohésion de l'interface inclusion-matrice qui permet certainement à la fissure de se propager plus facilement à partir de l'inclusion.

Nous avons vu que les composés MA peuvent se décomposer en des structures perlitiques. Dans les aciers ferrito-perlitiques, l'amorçage de la rupture fragile se produit au niveau des colonies de perlite par formation de microfissures dans la cémentite (SHIBANUMA, AIHARA et al., 2014; SHIBANUMA, NEMOTO et al., 2017; Y. J. PARK et al., 1979). (MILLER, 1970) proposent un mécanisme où l'amorçage se produit par coalescence des microfissures ainsi formées, ce qui semble être confirmé par Y. J. PARK et al. (1979). Cependant d'autres observations semblent plutôt pointer vers un amorçage puis une propagation d'une fissure fragile depuis la cémentite dans la perlite et enfin dans la ferrite avoisinante (NEMOTO et al., 2017).

3.3.3.2 Position des sites d'amorçage

Les sites d'amorçage se trouvent en général à une certaine distance du front de préfissuration ou de la déchirure ductile. Dans le cas d'essais de résilience, cette distance est de l'ordre de 0,1 mm à 1 mm (TANGUY, BESSON et al., 2005; HAUSILD, 2002; MÄNTYLÄ et al., 1999). Cette localisation particulière des sites d'amorçage s'explique par le fait que la contrainte générée par l'entaille est maximale à environ 0,5 mm du fond d'entaille (dans le cas d'essai de résilience) (HAUŠILD, NEDBAL et al., 2002). De même, dans une éprouvette préfissurée, une pointe de fissure s'émousse sous l'effet de la déformation et cette nouvelle géométrie génère un champ de contraintes présentant un maximum à environ deux fois l'ouverture en pointe de fissure (CTOD) (MCMEEKING, 1977). Ceci est notamment observé par (W.-J. YANG et al., 2004). TANGUY, BESSON et al. (2005) ont étudié la position des sites d'amorçage par rapport au front de fissure et au front de déchirure ductile ainsi que la position par rapport aux faces latérales d'éprouvettes de résilience. Tous les sites d'amorçage (une soixantaine d'éprouvettes ont été observées) se trouvent à au moins 1,9 mm des faces latérales. Il n'y a pas de corrélation entre la position latérale et la nature des sites. Ils n'observent pas non plus de corrélation entre la nature du site et sa position par rapport au front de fissure ou au front de déchirure ductile. Ces observations sont conformes aux résultats de MÄNTYLÄ et al. (1999) pour les essais de ténacité et de résilience.

3.3.3.3 Nombre de sites d'amorçage

TANGUY, BESSON et al. (2005) et MÄNTYLÄ et al. (1999) relèvent que l'on peut observer plusieurs sites d'amorçage à basse température (zone fragile ou tout début de la transition) et que l'on observe plutôt un seul site à plus haute température.

3.3.3.4 Contrainte critique de clivage

En identifiant la position du site d'amorçage sur les éprouvettes et utilisant le calcul par éléments finis pour obtenir le champ de contraintes et de déformations dans le volume de chaque

éprouvette, il est possible de déterminer une valeur de contrainte critique de clivage. Cela a été réalisé par plusieurs auteurs dont nous synthétisons ici les résultats.

CHEKHONIN et al. (2023) montrent que la contrainte critique de clivage ne dépend pas de taille de l'entité microstructurale ou de la facette où a lieu l'amorçage, dans le cas d'un amorçage par des carbures, aux échelles de contraintes étudiées (ils ne disposent pas de la contrainte critique au sein de la microstructure) Cette contrainte est issue de la simulation par éléments finis et correspond donc à la valeur du champ de contrainte au moment et au lieu de la rupture fragile. Cette contrainte est à bien différencier de la contrainte microscopique critique locale au niveau du site d'amorçage qui est la réponse, au niveau de l'amorce, de l'environnement microstructural à la contrainte (définie comme critique). La première relève de la mécanique des milieux continus tandis que l'autre relève du calcul d'agrégats polycristallins et du calcul du champ de contraintes dans la microstructure. Pour la microstructure bainitique granulaire, ils trouvent des valeurs de contraintes critiques (essais de ténacité) comprises entre 1500 MPa et 2300 MPa. Les valeurs sont très dispersées et ne semblent pas être reliées à la nature du site, sa position ou ses dimensions caractéristiques. Au vu de ces résultats, les auteurs pensent que la différence de contrainte critique doit s'expliquer en étudiant le joint à l'amorçage. WU et al. (2014) trouvent des valeurs de contraintes critiques inférieures (avec des éprouvettes de flexion quatre points), entre 1250 MPa et 1800 MPa, malgré un matériau et un traitement thermique similaire. BOWEN et al. (1986) observent que la martensite présente une contrainte critique de clivage bien supérieure à celle de la bainite. HAUŠILD, BERDIN et al. (2005) ont déterminé les contraintes critiques de clivage sur des essais de résilience statique, dynamique et des essais de ténacité. Ils trouvent des valeurs de contraintes critiques comprises entre 1660 MPa et 1850 MPa. Leurs résultats montrent que cette contrainte critique semble dépendre de la température mais pas du type d'essai et de la nature du site. Ces variations en fonction de la température s'expliquent, pour MATHIEU (2006), par une variation de l'énergie de surface avec la température.

3.3.4 Propagation de la fissure dans les grains avoisinants

Une fois la fissure amorcée, celle-ci se propage dans le matériau, en franchissant les différentes barrières microstructurales. Dans le cas des microstructures bainitiques, la barrière d'importance semble être le joint de paquets (BROZZO et al., 1977) ou des agrégats de carbures (X. ZHANG et al., 1999). La taille du paquet ou de l'agrégat semble être le facteur déterminant. Nous pouvons relier ceci au critère de Griffith : plus l'entité microstructurale est grande plus la contrainte critique est faible, ou vu autrement, pour un chargement macroscopique donné, plus la concentration de contraintes est élevée donc à même de dépasser la résistance de l'obstacle. Plusieurs auteurs ont mis à profit la technique EBSD pour étudier les fissures secondaires formées lors de la rupture fragile. Bouyne³⁰ observe ainsi que les fissures sont systématiquement déviées sur des joints de paquets bainitiques fortement désorientés ($>45^\circ$) (BOUYNE et al.,

30. Acier 2.25Cr-1Mo, austénitisé à 1100 °C pendant 1 h, trempé à l'huile et revenu à 650 °C pendant 7 h40. Taille de grain d'environ 100 µm.

1998). Gourgues observe des résultats similaires pour un autre type d'acier³¹ (GOURGUES et al., 2000). NOHAVA et al. (2003) confirme également ce phénomène dans le cas d'un acier de cuve³². Il remarque par ailleurs que dans le cas d'essais dynamiques, le plan de clivage n'est pas uniquement de la famille $\{100\}$, qui reste la famille de plans de clivage prépondérante, mais également des familles $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Ces résultats sont cohérents avec une étude plus ancienne de NAYLOR et KRAHE (1975). Dans le cas d'essais statiques, seule la famille $\{100\}$ semble être activée. Il faut néanmoins remarquer que ces études ont été faites sur des fissures secondaires du clivage. La comparaison directe entre ces fissures et la fissure principale semble être raisonnable mais aucune étude à ce jour n'a pu confirmer ces observations pour la fissure principale. Il convient par ailleurs de distinguer deux types de joints (représentés dans la figure 1.41). En général, les joints sont courbes et mixtes, à la fois "tilt" et "twist" et la fissure passe à l'endroit où le passage est le plus facile, c'est-à-dire là où le caractère "tilt" est le plus marqué.

- Configuration de "flexion" (tilt). Les plans de clivage sont continus d'un grain à l'autre à une inclinaison près le long du joint. Ce type de joint n'est pas vraiment un obstacle fort au clivage, étant donné que la rupture peut se propager directement dans le grain (paquet) suivant (figure 1.42). L'axe de rotation entre les deux structures cristallines est suivant l'intersection des plans cristallins.
- Configuration de "torsion" (twist). La droite d'intersection des plans de clivage est perpendiculaire au plan du joint, le passage ne peut donc se faire qu'en un seul point tandis que le reste de la matière doit être rompu par déchirure ductile, décohésion intergranulaire (ANDRIEU, 2013) ou par amorçage multiples parallèles le long de la portion de joint. Les plans de clivage sont discontinus les uns par rapport aux autres. Ce type de joint est un obstacle fort car il implique le franchissement de la barrière d'énergie que représente le réamorçage du clivage dans le grain suivant. NOHAVA et al. (2003) observent ainsi un mécanisme de cisaillement au niveau du joint (figure 1.42).

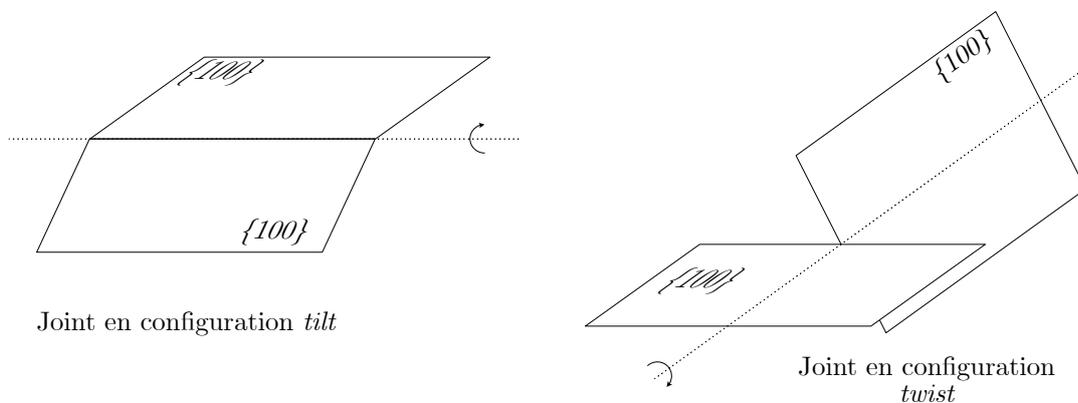


FIGURE 1.41 – Représentation extrême des deux types de configuration de joints.

31. Acier 0.070C-0.32Si-1.50Mn-0.059Cr-0.119Mo-0.468Ni, Microstructures bainitiques obtenues en conditions (simulées) de soudage.

32. Acier 0.159C-1.37Mn-0.70Ni-0.50Mo-0.24Si-0.17Cr-0.008S-0.005P-0.06Cu-0.023Al, austénitisé deux fois à 865/895 °C pendant 4 h40, trempé à l'eau, revenu à 640 °C pendant 7 h30 et détensionné à 610 °C pendant 8 h.

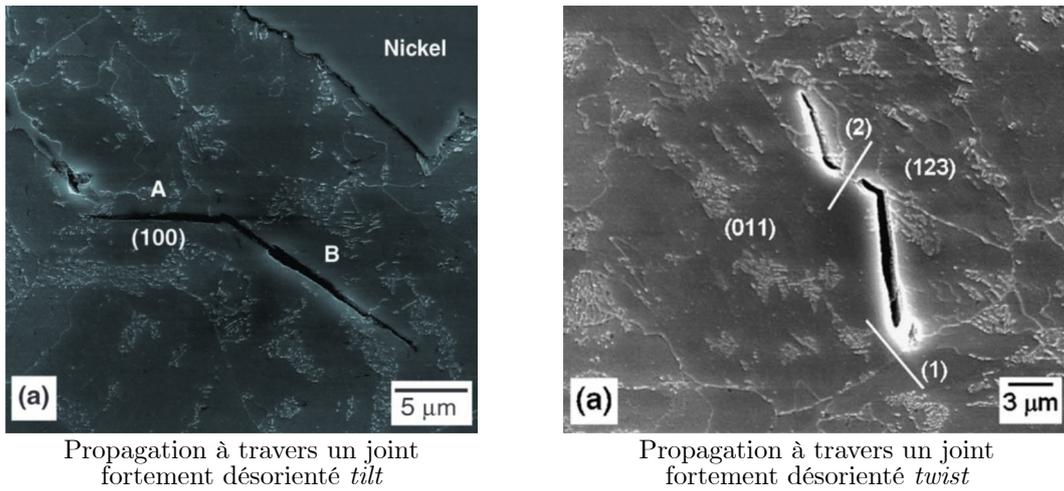


FIGURE 1.42 – Déviation d’une fissure secondaire de clivage suivant le type de joint (NOHAVA et al., 2003).

3.3.5 Transition ductile-fragile : effet de la température

L’effet de la température sur la rupture fragile et les propriétés qui y sont liées reste un sujet non résolu complètement. Nous avons vu que la résilience et la ténacité tendent à augmenter avec la température mais l’effet de cette dernière sur les mécanismes de rupture n’est pas complètement clarifié. En effet, la température modifie le comportement élastoplastique global du matériau et donc les niveaux de contraintes et de déformation atteints mais agit aussi au niveau local sur les conditions de germination et de propagation des microfissures. LIN et al. (1987) ont récapitulé dans la figure 1.43 quelques phénomènes qui ont lieu avec le changement de température.

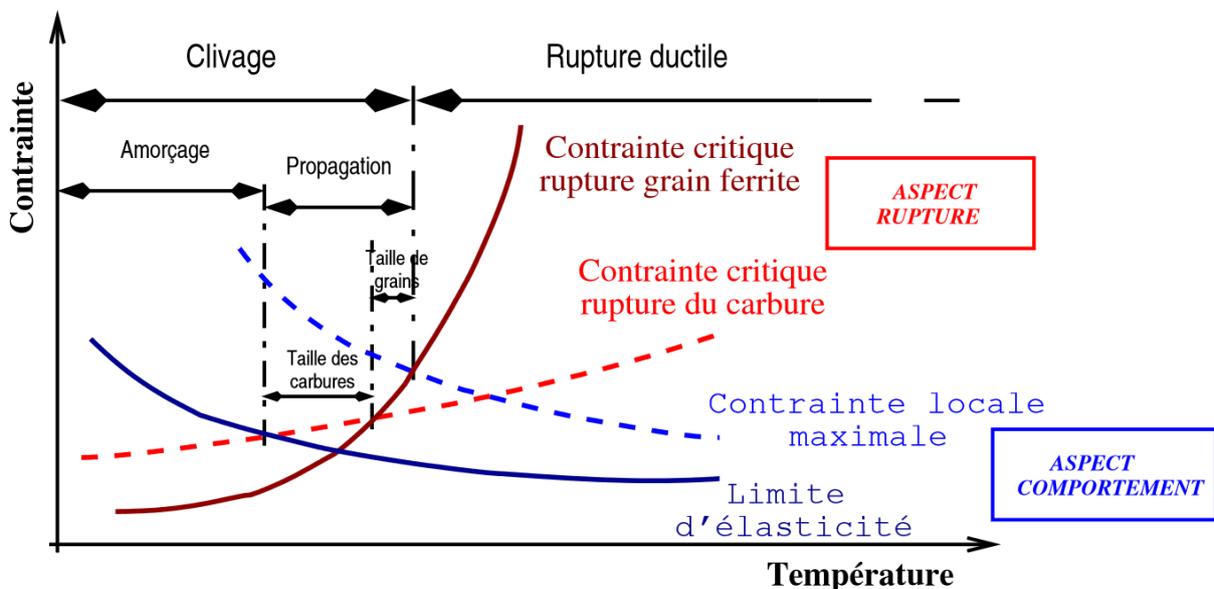


FIGURE 1.43 – Représentation schématique de l’effet de la température sur le comportement et l’amorçage du clivage (MATHIEU, 2006) basé sur (LIN et al., 1987).

Dans la zone de transition ductile-fragile, le matériau passe d'un comportement fragile, statistiquement distribué à un comportement ductile. La forte dispersion des résultats d'essais dans cette zone est de manière générale attribuée à l'abaissement des niveaux de contraintes (la limite d'écoulement diminue avec l'augmentation de la température) et une plus grande mobilité des dislocations (émoussement des fissures plus facile) qui font que le clivage est moins susceptible d'apparaître. Le matériau s'endommage de manière ductile jusqu'à ce qu'on puisse trouver les conditions d'une rupture instable par clivage. On observe donc des faciès de rupture mixte, présentant une déchirure ductile suivie d'un faciès de rupture fragile. Il faut noter que la déchirure ductile augmente localement la contrainte par rapport à une situation purement fragile et permet d'échantillonner, avec sa propagation, un volume de matière beaucoup plus grand (HAUŠILD, NEDBAL et al., 2002). À plus haute température, la ductilité devient telle qu'il n'est plus possible de propager une microfissure et le mode d'endommagement devient purement ductile. Concernant la contrainte critique de clivage (contrainte critique locale dans la zone de l'amorçage pour un matériau continu), de nombreux auteurs s'accordent sur la dépendance de celle-ci envers la température (HAUSILD, 2002; TANGUY, BESSON et al., 2005). Il ne semble y avoir une corrélation entre la température et la nature des sites de clivage (TANGUY, BESSON et al., 2005). Il faut également noter que l'augmentation de la température d'essai semble avoir pour effet de concentrer les sites d'amorçage vers le centre de l'éprouvette (TANGUY, BESSON et al., 2005; ROSSOLL et al., 2002; MÄNTYLÄ et al., 1999). Ce phénomène serait dû à l'avancée de la déchirure ductile qui est plus importante au centre ("tunneling effet").

3.4 Effet de la microstructure sur la résistance à la rupture fragile par clivage transgranulaire

Nous avons pu voir que la microstructure joue un rôle essentiel sur les propriétés à rupture, nous présentons ici les relations qui existent entre propriétés microstructurales et propriétés à rupture. Nous utilisons, entre autres, dans les paragraphes qui suivent des études portant sur la martensite. Cette microstructure étant proche de la bainite inférieure, cela nous permet d'enrichir l'analyse de la littérature.

3.4.1 Effet du type de microstructure

HONG et al. (2016) étudient l'effet de variations microstructurales sur la résilience, de la bainite inférieure à la bainite supérieure. Ils observent que les carbures les plus gros ("oversized") sont dans tous les cas responsables de l'amorçage. Une taille de grain effective qui diminue (défini par une désorientation supérieure à 15° dans cette étude) entraîne une augmentation de la déviation des fissures ce qui provoque l'abaissement de la température de transition d'après les auteurs. La meilleure microstructure est la bainite inférieure grâce à sa structure fine et sa fine dispersion de carbures. La bainite supérieure est moins bonne du point de vue de la résilience car elle présente une microstructure plus grossière et des carbures plus massifs. HONG et al. (2016) mentionnent cependant l'effet particulièrement délétère de carbures allongés.

S. KIM, S. Y. KANG et al. (2000) observent, en étudiant des zones affectées par la chaleur d'un acier SA508 (brutes de refroidissement), que l'augmentation de la fraction de martensite par rapport à la bainite (le type de bainite n'est pas spécifié) permet une augmentation de la résistance au détriment de la ténacité. Ceci est également observé par (Byoungchul HWANG et al., 2005). Il faut cependant noter qu'en cas de précipitation de carbures au revenu, ces derniers semblent piloter la ténacité. Pour Z. YANG et al. (2018), la martensite présente une densité plus élevée de joints et notamment de joints fortement désorientés, ce qui explique pourquoi la martensite présente une meilleure résilience (température de transition plus basse et palier ductile plus élevé).

CABALLERO et al. (2012) montrent, dans le cas d'un acier bainitique sans cémentite, que la bainite granulaire présente des propriétés en résilience inférieures à celles d'une bainite dite "en lattes" (que l'on peut assimiler à de la bainite supérieure ou inférieure). Cela serait dû à l'affinement de la structure en lattes et à l'absence de composés MA ou des produits de leur décomposition qui peuvent servir de concentrateurs de contraintes.

Ces observations sur la martensite et la bainite, indiquent donc qu'une augmentation de la vitesse de refroidissement, qui fait passer la microstructure d'une bainite supérieure ou granulaire à de la martensite, conduit à une amélioration des propriétés à rupture.

3.4.2 Effet de la désorientation

La distribution de désorientations joue un rôle important, notamment dans la propagation de la fissure fragile : toute déviation est un obstacle supplémentaire et une énergie supplémentaire doit être fournie pour que la fissure de clivage puisse continuer sa propagation. De nombreux auteurs pensent qu'une forte densité de joints fortement désorientés entraîne une température de transition basse (Byoungchul HWANG et al., 2005 ; HONG et al., 2016). GHOSH et al. (2013) montre qu'une diminution de la densité de joints faiblement désorientés et de la densité de dislocations améliore la résilience en augmentant notamment la capacité de la matrice à absorber de l'énergie, ils ne proposent cependant pas plus d'explications à ce phénomène. X. LI et al. (2020) étudient l'effet de la distribution de désorientations sur la transition ductile-fragile. Il ne semble pas y avoir de lien clair entre la distribution de désorientations et la température de transition. Nous remarquons qu'au vu des distributions de désorientation obtenues, la bainite supérieure semble avoir une température de transition plus basse que la bainite inférieure, ce qui est en contradiction avec la majorité des études mentionnées dans ce chapitre. Le protocole utilisé se base sur des variations de taille de grain austénitique qui ne permet donc pas d'isoler clairement l'effet de la désorientation.

3.4.3 Effet de la taille de grain austénitique

Nous rappelons en premier lieu que la taille de grain austénitique est contrôlée, au premier ordre, par la composition chimique et l'austénitisation (température et durée). S. KIM, S. LEE et al. (2003) ont étudié la relation entre la taille de grain austénitique (définie par la norme

ASTM E112) et les propriétés à rupture d'un acier de cuve³³. Ils remarquent tout d'abord que la diminution de la taille de grain austénitique entraîne l'augmentation de la densité de carbures tout en diminuant leur taille. Plus la taille de grain est petite plus la résistance est élevée. Une diminution de la taille de grain austénitique fait augmenter l'énergie au palier ductile et diminuer la température de transition (en résilience) et la température T_0 en ténacité. Ils remarquent par ailleurs que la taille des facettes semble correspondre à une taille de grain définie en EBSD par une désorientation seuil de 25° , définition qui se superpose en partie à celle d'un paquet ou d'un bloc en termes de désorientation. Pour K. H. LEE et al. (2013)³⁴, la taille de grain austénitique a peu d'influence sur la température T_0 . La taille des facettes de clivage est de l'ordre de la taille de grain austénitique, ce qui pourrait suggérer que ce paramètre a un impact sur le palier ductile. TOMITA et al. (1986) observent également que la diminution de la taille de grain austénitique permet l'amélioration de la résistance sans grand effet sur la température de transition.

L'effet de la taille de grain austénitique semble donc être assez clair, cependant il faut noter qu'elle impacte la taille des éléments de la structure bainitique comme les blocs et les paquets et nous ne pouvons donc pas conclure avec certitude si cette taille caractéristique est bien à l'origine des variations observées des propriétés.

3.4.4 Effet de la taille des éléments (paquets et blocs) de la structure bainitique

Les joints, notamment fortement désorientés, servent de barrière à la propagation de la fissure et au glissement des dislocations, la taille des éléments microstructuraux comme les paquets a donc un impact sur les propriétés liées à ces phénomènes.

Pour la martensite, NAYLOR (1979) identifie la largeur de latte et le diamètre du paquet comme les deux grandeurs qui gouvernent la limite d'élasticité et la température de transition en résilience. Une diminution de l'une de ces deux grandeurs permet l'amélioration des deux propriétés. C. WANG et al. (2008) identifient quant à eux la taille de paquet martensitique comme facteur déterminant.

Pour la bainite supérieure, NAYLOR et KRAHE (1974) remarquent que la diminution de la taille du paquet permet l'amélioration de la résistance sans impact marqué sur la résilience (température de transition et palier ductile). Ces résultats sont similaires à ceux de TOMITA et al. (1986) qui observent le même effet pour la taille de paquet. Tomita nuance le propos concernant la bainite en se basant sur l'analyse fractographique : il semble que le paquet bainitique pour la bainite inférieure et le bloc pour la bainite supérieure soient respectivement les entités microstructurales déterminantes dans la propagation de la fissure de clivage. En effet, les facettes de la bainite supérieure sont plus petites que celles de la bainite inférieure, ce qui indique une différence de constituant déterminant.

33. Aciers SA508 Gr.3 dont la teneur en Al et N varie pour contrôler la taille de grain austénitique. Coulée de laboratoire. Traitement thermique : austénitisation à 900°C pendant 1 h suivie d'une trempe à l'eau, 900°C pendant 1 h puis refroidissement à $20^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Revenu à 660°C pendant 10 h ($K = 20.81$).

34. Acier de cuve SA508 Gr.3. Traitement thermique : normalisation à 880°C pendant 8 h, austénitisation variable entre 880°C pendant 6 h et 1000°C suivie d'une trempe à l'air ($100\text{-}120^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$), revenu à 660°C pendant 10 h à 50 h ($K = 20.81$ à $K = 22.31$), détensionnement à 610°C pendant 30 h.

3.4.5 Effet des dimensions des constituants secondaires

Il faut noter que les observations qui suivent sont surtout basées sur des corrélations. Les seuls amorçages clairement identifiés sont les amorçages sur inclusions.

IM, B.-J. LEE et al. (2004) observent une bonne corrélation entre les contraintes critiques de clivage et l'épaisseur des amas interlattes de cémentite pour une bainite supérieure. K. H. LEE et al. (2013) notent un abaissement de la taille des carbures a un effet fort sur la température de transition.

Les carbures allongés (cémentite) sont néfastes pour la résilience (YAN et al., 2017; XIE, Z. LIU, X. WANG et al., 2020), ces auteurs ne mentionnent pas s'il s'agit d'un effet de taille ou de forme. Pour IM, OH et al. (2001), la cémentite globulaire et en bâtonnets entre les lattes semble avoir un effet délétère important sur la résilience tandis qu'une fine dispersion de carbures M_2C permet d'abaisser la température de transition. Dans une autre étude (IM, B.-J. LEE et al., 2004), ils observent le même effet de la fraction volumique de cémentite sur la température de transition mais sans que la taille des carbures change. S. LEE et al. (2002) observent également cet effet négatif de la cémentite. Selon BOWEN et al. (1986), la ténacité et la contrainte critique de clivage sont contrôlées par la distribution de taille des carbures, les carbures les plus massifs semblent être les plus délétères pour la ténacité. L'évolution de la contrainte critique (déterminée à l'aide des éléments finis sur éprouvettes de flexion préfissurées) peut être corrélée avec la taille des carbures via le critère de Griffith pour des tailles de 110 nm au minimum. Ils n'observent pas de corrélation en dessous de cette taille. W.-J. YANG et al. (2004) montrent que les carbures les plus gros sont les seuls éléments microstructuraux dont la taille est cohérente (via le critère de Griffith) avec la contrainte critique de clivage déterminée par éléments finis.

C. LI et al. (2016) semble montrer que les composés MA, bien qu'ayant un effet renforçant (augmentation de la résistance), ont un effet négatif sur l'énergie absorbée au palier ductile, celle-ci augmentant au fur et à mesure de la disparition des composés MA et diminuant dès leur reformation. Il ne présente hélas pas de preuves suffisantes d'un amorçage sur ces composés. L'étude sœur (C. W. LI et al., 2016), montre la même chose : la disparition des composés MA provoque l'augmentation de l'énergie absorbée. Les revenus longs finissent par faire chuter cette valeur à cause du grossissement des carbures et de la microstructure. XIE, Z. LIU, HE et al. (2020), LAN et al. (2014) et D. LIU et al. (2018) obtiennent des résultats similaires.

3.5 Évolution des propriétés mécaniques en fonction des paramètres de traitement thermique

Nous présentons ici l'effet des paramètres de traitement thermique, pour les microstructures bainitiques, sur les propriétés à rupture. Du fait des changements microstructuraux qui s'opèrent lors du revenu, les propriétés mécaniques évoluent elles aussi. Nous nous limiterons dans ce paragraphe aux propriétés en traction, en résilience et en ténacité. Bien qu'il existe un lien entre propriétés en traction et propriétés à rupture, nous nous bornerons dans cette partie à décrire l'évolution de ces propriétés avec les conditions de revenu, dans le cas des aciers de cuve.

3.5.1 Évolution des propriétés en traction

L'augmentation de la vitesse de refroidissement, pour les microstructures bainitiques, conduit à l'augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'allongement à rupture (M.-C. KIM, S.-G. PARK et al., 2013). L'étude de BYUN et al. (1997) confirme cette tendance. Nous noterons que, bien qu'il s'agisse d'une corrélation reconnue, il ne semble pas exister d'étude quantitative de cette relation pour les aciers de cuve dans la littérature.

De manière générale, le revenu tend à faire diminuer la résistance du matériau (R_m et R_p) et sa dureté tandis qu'il tend à augmenter l'allongement à rupture (voir figure 1.44) (de VILLIERS et al., 1992; LU et al., 2017; C. W. LI et al., 2016; GUPTA et al., 2022). Par ailleurs C. LI et al. (2016) observent que les revenus dont la température dépasse 670°C provoquent une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté, une diminution de l'allongement à rupture et une forte diminution de la limite d'élasticité comme le montre la figure 1.44. Ces changements sont attribués à la formation d'austénite, dite de réversion, et donc de composés MA, du fait d'un revenu à une température supérieure la température Ae_1 qui vaut environ 660°C pour les aciers de cuve, ce qui est aussi observé par de Villiers (de VILLIERS et al., 1992).

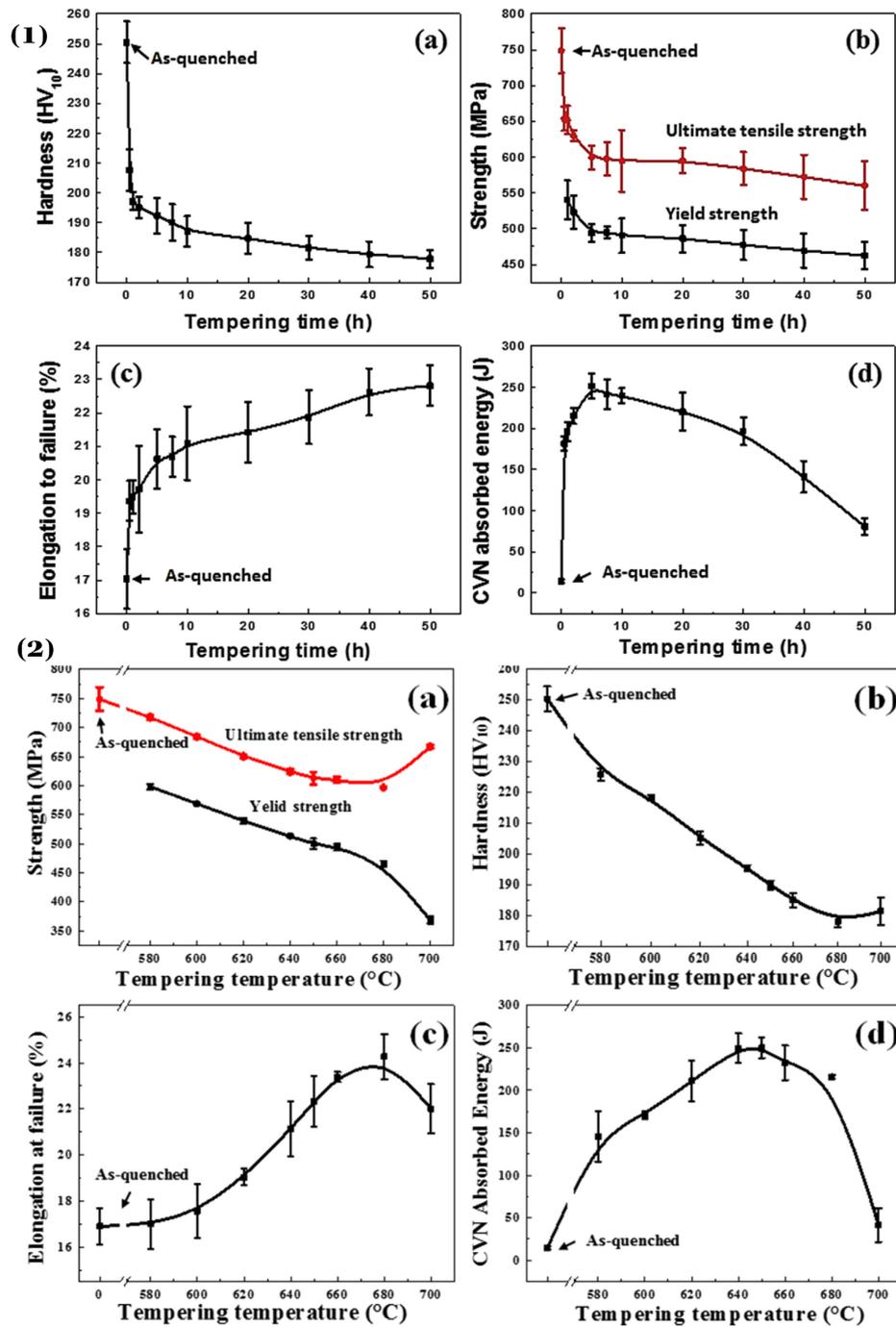


FIGURE 1.44 – Évolution de la dureté, de l’allongement à rupture, de la limite d’élasticité, de la résistance mécanique et de l’énergie absorbée lors d’un test Charpy à -30 °C en fonction de : (1) la durée du revenu pour un revenu à 650 °C et (2) la température de revenu pour un maintien durant 5 h. Étude réalisée pour un acier de cuve austénitisé à 900 °C pendant 5 h et refroidi à 360 °C/h (C. W. LI et al., 2016; C. LI et al., 2016).

3.5.2 Évolution des propriétés à rupture

Pour la vitesse de refroidissement, BOCQUET et al. (1993) montre que la température de transition est une fonction décroissante de la vitesse de refroidissement. L’étude de HONG et al. (2016) sur les variations microstructurales et des propriétés suivant l’épaisseur d’un composant montre des variations inattendues des transitions. Le minimum de température de transition

n'est pas atteint au coeur du matériau et le profil de propriétés n'est absolument pas symétrique.

La plupart des auteurs se focalisent sur les énergies absorbées lors d'un essai Charpy. (HAVERKAMP et al., 1984; C. LI et al., 2016; C. W. LI et al., 2016; BOCQUET et al., 1993). Dans la plupart des cas le nombre d'éprouvettes utilisées n'est pas mentionné ou trop faible pour obtenir une bonne idée de la dispersion des essais. Les tendances présentées dans ce paragraphe sont donc à prendre avec recul car les propriétés à rupture ne sont pas étudiées dans leur intégralité. La figure 1.44 montre qu'il semble exister un optimum de revenu pour la résilience qui semble se situer autour d'un revenu à 650 °C pendant environ 6 à 7 h. Un optimum est également observé par BOCQUET et al. (1993). Il faut également noter la décorrélation entre les propriétés en traction et la résilience. Dans la partie (1) de la figure, les propriétés en traction varient de façon monotone contrairement à la résilience. Ce phénomène avait également été observé par Haverkamp (HAVERKAMP et al., 1984). On notera que le maximum de résilience est observé pour des paramètres de revenu assez proches :

- $K = 19.2$ pour un refroidissement à 2640 °C/h
- $K = 19.9$ pour un refroidissement à 3600 °C/h.

L'étude d'Haverkamp montre bien la dépendance de ce maximum avec la vitesse de trempe. Le croisement avec les résultats de Li semble indiquer que ce maximum augmente avec la température de trempe.

L'effet du traitement thermique sur les températures de transition ductile-fragile a été peu étudié (NAYLOR et GUTTMANN, 1981; de VILLIERS et al., 1992; BOCQUET et al., 1993). De Villiers étudie la variation de la *FATT* (Fracture Appearance Transition Temperature, ie 50% de rupture ductile) en fonction des paramètres de revenu : la température de transition augmente avec la durée et la température de revenu. Lee semble obtenir des résultats similaires pour la *FATT* tandis que la température de transition *T68J* diminue fortement entre un revenu à 630 °C et un revenu à 660 °C pendant 10 h dans le cas d'un acier de type SA508 Gr.4N (K.-H. LEE et al., 2014). Pour la ténacité la température de référence de la Master Curve T_0 augmente avec la température de revenu. (BOCQUET et al., 1993) observent que la courbe de température de transition en fonction du paramètre de revenu présente un minimum.

Un autre aspect de la transition ductile-fragile du matériau est la dispersion des résultats d'essais dans la zone de transition. Il s'agit d'une caractéristique importante car le faible nombre d'essais disponible en général peut rendre l'évaluation de la résilience d'autant plus délicate que la dispersion est importante. Cette caractéristique n'est pas étudiée dans la littérature autre que l'étude de MARINI (2020).

3.6 Modélisation de la rupture fragile : Approches locales, traitements statistiques

La dispersion des résultats d'essais de ténacité et les mécanismes physiques de rupture indiquent que la rupture fragile est un mécanisme de nature aléatoire. Il faut trouver les bonnes conditions d'amorçage dans le matériau et une contrainte suffisante pour amorcer et propager la rupture fragile. Nous présentons le modèle de Beremin et une de ses extensions, le modèle MIBF (Microstructure Informed Brittle Fracture).

3.6.1 Hypothèse du maillon le plus faible

Le modèle de Beremin se base sur l'hypothèse du *maillon le plus faible* (BEREMIN, 1983).

Le volume V_T de matériau sollicité est décomposé en une partition de n volumes élémentaires de taille V_0 . Chaque élément de volume est indépendant des autres, c'est-à-dire que les conditions de rupture de l'un ne dépendent pas des autres.

Dès que l'un des volumes élémentaires rompt, la rupture se propage à tout le matériau. Soit P_i la probabilité de rupture du volume élémentaire i et P_{V_T} la probabilité de rupture du volume total. P_{V_T} est donc égal à la probabilité qu'au moins un volume élémentaire rompe :

$$\text{Rupture de } V_T = \bigcup_{i=1}^n \text{Rupture de } i = \overline{\bigcap_{i=1}^n \text{Survie de } i} \quad (1.21)$$

Avec l'indépendance des volumes élémentaires $P(\bigcap_i^n \text{Survie de } i) = \prod_i^n (1 - P_i)$, on obtient donc :

$$P_{V_T} = 1 - \prod_i^n (1 - P_i) \quad (1.22)$$

3.6.2 Modèle de BEREMIN (1983)

Ce modèle considère qu'il existe avec l'avènement de la déformation, plastique, une population de microfissures qui n'évolue pas avec la déformation (des corrections ont ensuite été apportées à cette hypothèse mais nous en présentons ici la version originale). Cela suppose notamment que le clivage n'est pas contrôlé par la germination. La zone plastique, de volume V_p , est divisée en volumes V_0 élémentaires qui contiennent chacun au moins une microfissure. La rupture globale du matériau correspond à la rupture d'au moins un des volumes V_0 de la zone plastique $P_{V_T} = P_{V_p} = P_r$. V_0 est choisi suffisamment grand pour que l'indépendance entre les volumes soit justifiée et que l'on puisse trouver une microfissure de taille suffisante. Il doit être aussi suffisamment petit pour considérer que la contrainte σ est à peu près constante dans le volume. En général la taille choisie correspond à quelques grains. La densité de probabilité associée à la distribution des tailles de fissure est appelée $p_t(a)$ Dans chaque volume élémentaire V_0 , la probabilité de trouver une fissure de taille supérieure ou égale à une longueur a_0 vaut :

$$P_t(a_0) = P((a \geq a_0)) = \int_{a_0}^{+\infty} p_t(a) da \quad (1.23)$$

Nous supposons qu'une fissure de taille a_0 se propage de manière instable à toute la structure si le critère de Griffith est vérifié (équation 1.18). Ainsi pour une contrainte donnée σ dans le volume élémentaire V_0 considéré, la probabilité de rupture correspond à la probabilité de trouver une fissure de taille supérieure ou égale à la taille critique définie par le critère. La probabilité de rupture d'un volume élémentaire sollicité par une contrainte σ donnée vaut donc :

$$P_r(V_0, \sigma) = P_r(a_0(\sigma)) = \int_{a_0 = \frac{\pi E \gamma_s}{2(1-\nu^2)\sigma^2}}^{+\infty} p_t(a_0) da_0 \quad (1.24)$$

Beremin utilise une densité de probabilité de la forme $p_t(a) = \frac{\alpha}{a^\beta}$ (loi puissance) qui diverge à mesure que la taille de la microfissure tend vers 0, Beremin fait ici l'hypothèse que seules les plus grosses microfissures sont actives pour amorcer le clivage. Cette loi conduit à :

$$\begin{aligned} P_r(V_0, \sigma) &= \int_{a_0 = \frac{\pi E \gamma_s}{2(1-\nu^2)\sigma^2}}^{+\infty} \frac{\alpha}{a^\beta} da \\ &= \sigma^{2(\beta-1)} \left(\frac{2\alpha}{2(\beta-1)} \right)^{\frac{2(\beta-1)}{2(\beta-1)}} \left(\frac{2(1-\nu^2)}{(\pi E \gamma_s)} \right)^{\frac{2(\beta-1)(\beta-1)}{2(\beta-1)}} \end{aligned} \quad (1.25)$$

En posant $m = 2(\beta - 1)$ et $\sigma_u = \sqrt[m]{\frac{m}{2\alpha}} \sqrt{\frac{\pi E \gamma_s}{2(1-\nu^2)}}$, nous obtenons :

$$P_r(V_0, \sigma) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \quad (1.26)$$

En utilisant l'hypothèse du maillon le plus faible, la probabilité de rupture du volume global peut se déduire. Soit V_{0i} le i -ème volume élémentaire soumis à une contrainte (supposée uniforme) σ_i .

$$\begin{aligned} P_{V_T} &= 1 - \prod_i^n (1 - P_r(V_{0i}, \sigma_i)) \\ P_{V_T} &= 1 - \exp \left(\sum_i^n \ln \left(1 - \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_u} \right)^m \right) \right) \end{aligned} \quad (1.27)$$

En supposant que la probabilité de rupture d'un volume élémentaire est petite, $\ln \left(1 - \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_u} \right)^m \right) \approx - \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_u} \right)^m$

$$P_r = 1 - \exp \left(- \sum_i^n \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_u} \right)^m \right) \quad (1.28)$$

Soit,

$$P_r = 1 - \exp \left(- \int_{V_p} \left(\frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \frac{dV}{V_0} \right) \quad (1.29)$$

$$P_r = 1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_u} \right)^m \right) \quad (1.30)$$

Avec la contrainte de Weibull, $\sigma_w = \left(\int_{V_p} \sigma^m \frac{dV}{V_0} \right)^{\frac{1}{m}}$ ou $\sigma_w = \left(\sum_j (\sigma_j^m \frac{V_j}{V_0}) \right)^{\frac{1}{m}}$. Il s'agit du moment d'ordre m de la contrainte principale sur la zone plastique.

Le paramètre m caractérise la dispersion de la distribution tandis que σ_u représente une contrainte caractéristique du clivage pour le matériau. Si m devient très grand, le clivage a lieu si $\sigma > \sigma_u$.

Comme il semble que la contrainte critique de clivage augmente avec la déformation plastique

(KAECHLE et al., 1969), Beremin a proposé d'introduire un effet de cette dernière dans le calcul de la contrainte de Weibull.

$$\sigma_w = \left(\int_{V_p} \left(\sigma_1 \exp - \left(\frac{\epsilon_p I}{k} \right) \right)^m \frac{dV}{V_0} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (1.31)$$

Application du modèle de Beremin dans le cas de la plasticité confinée en pointe de fissure Le régime de plasticité confinée a lieu quand la taille de la zone plastique est négligeable devant les dimensions caractéristiques de la structure. Elle correspond, sur une courbe d'essai de ténacité, au début de l'inflexion. Dans ce cas le champ en pointe de fissure peut être décrit par le champ "HRR" (Hutchinson, Rice, Rosengren).

$$\sigma_{ij} = \sigma_y * g_{ij}(\theta) f \left(\frac{r}{K/\sigma_y^2} \right) \quad (1.32)$$

En utilisant la contrainte principale de cette relation, nous pouvons définir une expression de la probabilité de rupture comme suit :

$$P_r = 1 - \exp \left(\frac{\sigma_y^{m-4} B K_{Ic}^4 C_{m,n}}{\sigma_u^m V_0} \right) \quad (1.33)$$

Cette équation permet d'illustrer plusieurs effets pris en compte dans le modèle.

- Effet de l'épaisseur $K_{Ic}^4 B = Cte$
- Effet de la température $K_{Ic} \sigma_y^{\frac{m}{4}-1} = Cte$
- Effet de la vitesse de déformation au travers de la dépendance de σ_y avec $\dot{\epsilon}$. La vitesse fait augmenter la limite d'élasticité.

3.6.2.1 Une extension du modèle de Beremin, le modèle MIBF (FORGET et al., 2016)

Afin de mieux prendre en compte le couplage entre l'état de contraintes local et la microstructure, notamment dans les cas où le matériau présente des hétérogénéités microstructurales causées par des ségrégations, le modèle dit MIBF ("Microstructure Informed Brittle Fracture") a été développé.

Ce modèle ajoute à la distribution de microfissures du modèle de Beremin une distribution de contraintes causées par les incompatibilités de déformation des cristaux entre eux. En effet, chaque cristal a une orientation donnée et les systèmes de glissement ainsi orientés ne sont pas forcément compatibles avec ceux des cristaux voisins. En reprenant les notations du modèle de Beremin, un volume élémentaire V_0 est sollicité par une contrainte moyenne $\Sigma(P)$, P étant le chargement appliqué à l'ensemble de la structure. Cependant, plutôt que de considérer que Σ est homogène sur le volume V_0 , il faut considérer que la contrainte locale au sein du volume, σ , est distribuée autour de Σ suivant une fonction de répartition $P_\sigma[\Sigma]$.

Nous reprenons alors les hypothèses du modèle de Beremin : au début de la déformation plastique, il existe une population de microfissures, de taille distribuée, suivant la fonction de répartition P_t . La propagation instable d'une fissure de taille a a lieu si la contrainte est

suffisamment élevée, c'est-à-dire supérieure à la contrainte critique définie par le critère de Griffith pour cette taille de microfissure.

$$P_r(\text{fissure}, \Sigma) = P(\cup_r((a = r) \cap (\sigma(\Sigma) \geq \sigma_c))) \quad (1.34)$$

Or, $\forall r_1 \neq r_2, P((a = r_1) \cap (a = r_2)) = 0$, nous obtenons donc :

$$P_r(\text{fissure}, \Sigma) = \int_0^{+\infty} \frac{dP_t(r)}{dr} P_\sigma[\Sigma](\sigma \geq \sigma_c(r)) dr \quad (1.35)$$

Le modèle considère que la population de microfissures a pour origine les carbures. Les carbures se rompent lors de l'endommagement et forment une population de microfissures dont la distribution correspond à la distribution de taille des carbures.

Dans le volume élémentaire V_0 , on estime qu'il y a $n_c V_0$ carbures, n_c étant la densité volumique de carbures. Si un carbure rompt, l'ensemble du volume rompt, il s'agit donc d'une hypothèse de maillon le plus faible et on peut écrire :

$$1 - P_r(V_0, \Sigma) = (1 - P_r(\text{carbure}, \Sigma))^{n_c V_0} \quad (1.36)$$

Le volume de la zone plastique est subdivisé en volumes élémentaires V_0 et si l'un des volumes élémentaires rompt, tout le volume rompt. Nous pouvons utiliser une deuxième fois l'hypothèse du maillon le plus faible.

$$\begin{aligned} P_r(V_p, P) &= 1 - \exp \left(\int_{V_p} \ln \left((1 - P_r(\text{carbure}, \Sigma(P)))^{n_c V_0} \frac{dV}{V_0} \right) \right) \\ P_r(V_p, P) &= 1 - \exp \left(\int_{V_p} \ln \left((1 - \int_0^{+\infty} \frac{dP_t(r)}{dr} P_\sigma[\Sigma(P)](\sigma \geq \sigma_c(r)) dr)^{n_c V_0} \frac{dV}{V_0} \right) \right) \end{aligned} \quad (1.37)$$

La fonction de répartition de la contrainte au sein du volume, utilisée dans FORGET et al. (2016), est une distribution de Weibull basée sur des calculs éléments finis sur des agrégats bainitiques (VINCENT, LIBERT et al., 2010 ; VINCENT, GELEBART et al., 2011 ; LIBERT et al., 2011)

$$P_\sigma[\Sigma](\sigma \geq \sigma_f) = \exp \left(- \left(\frac{\sigma_f}{k_h \Sigma_I} \right)^{m_h} \right) \quad (1.38)$$

La distribution des tailles de carbures utilisée est celle proposée par S. LEE et al. (2002) qui consiste en une distribution de Weibull à trois paramètres α_r , β_r et γ_r .

$$P_t(r \geq r_0) = 1 - \exp \left(- \left(\frac{2r_0 - \gamma_r}{\beta_r} \right)^{\alpha_r} \right) \quad (1.39)$$

Il n'y a finalement qu'une seule variable d'ajustement dans le modèle : l'énergie de surface effective du critère de Griffith. Par apport des résultats expérimentaux (distribution expérimentale de taille de carbures) et de simulation (calculs d'agrégats), le modèle se dégage du

problème de la non-unicité des résultats optimaux du modèle de Beremin (GAO et al., 1998). La dépendance envers la température, bien que non explicitée se retrouve dans la variation du comportement élastoplastique donc dans le calcul d'agrégat.

Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons présenté les microstructures qu'on peut obtenir à la suite du traitement thermique de qualité. Elles sont caractérisées par leur grande variété, notamment pour la bainite, qui est la microstructure centrale de notre étude. Celle-ci est une structure multi-échelle complexe comportant une grande diversité de constituants secondaires. Nous la classifions en trois grandes catégories : bainite granulaire, supérieure et inférieure. Nous avons pu également aborder l'effet du revenu sur la bainite. Il en ressort certaines lacunes de la littérature, notamment sur la séquence de précipitation précise. La cémentite et les Mo_2C ont été caractérisés mais les autres phases n'ont été observés que de manière anecdotique. Les composés MA, qui ont un fort impact dans les matériaux de soudage, ont ici disparu après revenu.

Du point de vue des propriétés à rupture, nous avons mis en exergue les difficultés liées à la caractérisation des propriétés à rupture intrinsèques du matériau. Il nous faut donc nous interroger sur les mécanismes physiques de la rupture, dans le contexte de l'Approche Locale, pour lier microstructure et rupture. Le clivage transgranulaire est le mode de rupture des matériaux de cette étude et nous en avons présenté les mécanismes et les paramètres d'influence. Nous avons notamment vu que l'amorçage du clivage était un sujet pertinent encore ouvert pour mieux comprendre la rupture fragile des aciers de cuve. Le rôle des particules fragile de secondes phases pourrait être précisé et relié à la microstructure et aux propriétés mécanique globales.

Nous allons à présent nous consacrer à la caractérisation des matériaux de l'étude.

Bibliographie du chapitre 1

- AARONSON, H. I. (1962). « Proeutectoid Ferrite and Cementite Reactions ». *The Decomposition of Austenite by Diffusional Processes*, Interscience, New-York : Interscience, p. 387-546 (cf. p. 20).
- ANDREWS, K. W. (1956). « The Calculation of Transformation Temperatures and Austenite-Ferrite Equilibrium in Steels ». *Journal of the Iron and Steel Institute* 184, p. 414-427 (cf. p. 23).
- ANDRIEU, A. (2013). « Mécanismes et modélisation multi-échelle de la rupture fragile trans- et inter-granulaire des aciers pour réacteurs à eau sous pression, en lien avec le vieillissement thermique » (cf. p. 73).
- ASTM-E1921-02 (1997). *Test Method for Determination of Reference Temperature, T₀, for Ferritic Steels in the Transition Range* (cf. p. 60).
- BAGARYATSKI, Y. A. (1950). « Likely Mechanism for the Tempering of Martensite ». *Dokl Akad. Nauk SSSR* 73, p. 1161-1164 (cf. p. 18, 35).
- BAKER, R.G. (1959). « The Tempering of 2.25 Cr%-1% Mo Steel after Quenching and Normalizing ». *J. Iron Steel Inst.* 192.3, p. 257-268 (cf. p. 49).
- BENAROSCH, Anna (2021). « Cinétiques de Précipitation de Carbures Dans Des Alliages Bainitiques Modèles » (cf. p. 18, 47, 54, 57).
- BERDIN, C. et C. PRIOUL (2007). « Relation résilience – ténacité - Apports de la modélisation numérique ». *Étude et propriétés des métaux*. DOI : [10.51257/a-v1-m4168](https://doi.org/10.51257/a-v1-m4168) (cf. p. 61).
- BEREJNOI, C. et J.E. PEREZ IPIÑA (2015). « Analysis of Size and Temperature Effects in the Ductile to Brittle Transition Region of Ferritic Steels ». *Engineering Fracture Mechanics* 148, p. 180-191. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2015.09.041](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.09.041) (cf. p. 62).
- BEREMIN, F. M. (1981). « Cavity Formation from Inclusions in Ductile Fracture of A508 Steel ». *Metallurgical Transactions A* 12.5, p. 723-731. DOI : [10.1007/BF02648336](https://doi.org/10.1007/BF02648336) (cf. p. 63).
- (1983). « A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel ». *Metallurgical Transactions A* 14.11, p. 2277-2287. DOI : [10.1007/BF02663302](https://doi.org/10.1007/BF02663302) (cf. p. 82).
- BHADESHIA, H. K. D. H. (1980). « The Mechanism of Bainite Formation in Steels ». *Acta Metallurgica* 28, p. 1265-1273. DOI : [10.1016/0001-6160\(80\)90082-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(80)90082-6) (cf. p. 25, 26).
- (1984). « Solute-Drag, Kinetics and the Mechanism of the Bainite Reaction in Steels ». *Phase Transformation in Ferrous Alloys*, p. 335-340 (cf. p. 49).
- (2015). *Bainite in Steels : Theory and Practice*. Third edition. Leeds, UK : Maney Publishing. 589 p. (cf. p. 8, 23, 27, 34, 35, 40, 48, 49, 51, 58).
- (2018). « Solution to the Bagaryatskii and Isaichev Ferrite–Cementite Orientation Relationship Problem ». *Materials Science and Technology* 34.14, p. 1666-1668. DOI : [10.1080/02670836.2018.1470746](https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1470746) (cf. p. 18).
- BHADESHIA, H. K. D. H. et R. W. K. HONEYCOMBE (2017). *Steels : Microstructure and Properties*. Fourth edition. Amsterdam : Butterworth-Heinemann. 461 p. (cf. p. 10, 20, 21, 23, 47, 54).

- BISS, V. et R. L. CRYDERMAN (1971). « Martensite and Retained Austenite in Hot-Rolled, Low-Carbon Bainitic Steels ». *Metallurgical and Materials Transactions B* 2.8, p. 2267-2276. DOI : [10.1007/BF02917559](https://doi.org/10.1007/BF02917559) (cf. p. 36).
- BŁOŃSKI, P. et A. KIEJNA (2004). « Calculation of Surface Properties of Bcc Iron ». *Vacuum* 74.2, p. 179-183. DOI : [10.1016/j.vacuum.2003.12.118](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2003.12.118) (cf. p. 64).
- BOCQUET, P., D. BUISINE et L. DUNAND-ROUX (1993). « Les facteurs métallurgiques de la ténacité de l'acier de cuve ». *Revue de Métallurgie* 90.9, p. 1088-1088. DOI : [10.1051/meta/199390091088](https://doi.org/10.1051/meta/199390091088) (cf. p. 80, 81).
- BORDET, S.R., A.D. KARSTENSEN, D.M. KNOWLES et C.S. WIESNER (2005). « A New Statistical Local Criterion for Cleavage Fracture in Steel. Part I : Model Presentation ». *Engineering Fracture Mechanics* 72.3, p. 435-452. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2004.02.009](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2004.02.009) (cf. p. 66).
- BOUYNE, E, H.M FLOWER, T.C LINDLEY et A PINEAU (1998). « Use of EBSD Technique to Examine Microstructure and Cracking in a Bainitic Steel ». *Scripta Materialia* 39.3, p. 295-300. DOI : [10.1016/S1359-6462\(98\)00170-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00170-5) (cf. p. 72).
- BOWEN, P., S.G. DRUCE et J.F. KNOTT (1986). « Effects of Microstructure on Cleavage Fracture in Pressure Vessel Steel ». *Acta Metallurgica* 34.6, p. 1121-1131. DOI : [10.1016/0001-6160\(86\)90222-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(86)90222-1) (cf. p. 64, 72, 78).
- BRAMFITT, B. L. et J. G. SPEER (1990). « A Perspective on the Morphology of Bainite ». *Metallurgical Transactions A* 21.3, p. 817-829. DOI : [10.1007/BF02656565](https://doi.org/10.1007/BF02656565) (cf. p. 34, 35, 39-41).
- BROZZO, P., G. BUZZICHELLI, A. MASCANZONI et M. MIRABILE (1977). « Microstructure and Cleavage Resistance of Low-Carbon Bainitic Steels ». *Metal Science* 11.4, p. 123-130. DOI : [10.1179/msc.1977.11.4.123](https://doi.org/10.1179/msc.1977.11.4.123) (cf. p. 72).
- BUSH, M.E et P.M KELLY (1971). « Strengthening Mechanisms in Bainitic Steels ». *Acta Metallurgica* 19.12, p. 1363-1371. DOI : [10.1016/0001-6160\(71\)90074-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(71)90074-5) (cf. p. 49).
- BYUN, T.S., J.H. HONG, F.M. HAGGAG, K. FARRELL et E.H. LEE (1997). « Measurement of Through-the-Thickness Variations of Mechanical Properties in SA508 Gr.3 Pressure Vessel Steels Using Ball Indentation Test Technique ». *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 74.3, p. 231-238. DOI : [10.1016/S0308-0161\(97\)00114-2](https://doi.org/10.1016/S0308-0161(97)00114-2) (cf. p. 79).
- CABALLERO, F G, H ROELOFS, St HASLER, C CAPDEVILA, J CHAO, J CORNIDE et al. (2012). « Influence of Bainite Morphology on Impact Toughness of Continuously Cooled Cementite Free Bainitic Steels ». *Materials Science and Technology* 28.1, p. 95-102. DOI : [10.1179/1743284710Y.0000000047](https://doi.org/10.1179/1743284710Y.0000000047) (cf. p. 76).
- CANALE, Lauralice C.F., Xin YAO, Jianfeng GU et George E. TOTTEN (2008). « A Historical Overview of Steel Tempering Parameters ». *International Journal of Microstructure and Materials Properties* 3.4/5, p. 474. DOI : [10.1504/IJMMP.2008.022033](https://doi.org/10.1504/IJMMP.2008.022033) (cf. p. 47).
- CARASSOU, S. (2000). « Déclenchement Du Clivage Dans Un Acier Faiblement Allié : Rôle de l'endommagement Ductile Localisé Autour Des Inclusions ». Mines ParisTech (cf. p. 59, 69).
- CARASSOU, S., S. RENEVEY, B. MARINI et A. PINEAU (1998). « Modelling of the Ductile to Brittle Transition of a Low Alloy Steel ». ECF12 - Fracture from Defects. Sheffield University (cf. p. 59).
- DE-CASTRO, David, Adriana ERES-CASTELLANOS, Javier VIVAS, Francisca G. CABALLERO, David SAN-MARTÍN et Carlos CAPDEVILA (2022). « Morphological and Crystallographic Features of Granular and Lath-like Bainite in a Low Carbon Microalloyed Steel ». *Materials Characterization* 184, p. 111703. DOI : [10.1016/j.matchar.2021.111703](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111703) (cf. p. 26, 36, 40, 43).
- CHEKHONIN, Paul, Aniruddh DAS, Frank BERGNER et Eberhard ALTSTADT (2023). « Microstructural Characterisation of Brittle Fracture Initiation Sites in Reactor Pressure Vessel Steels ». *Nuclear Materials and Energy* 37, p. 101511. DOI : [10.1016/j.nme.2023.101511](https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101511) (cf. p. 70, 72).

- CHEN, J H, G Z WANG, C YAN, H MA et L ZHU (1997). « Advances in the Mechanism of Cleavage Fracture of Low Alloy Steel at Low Temperature. Part I : Critical Event » (cf. p. 65, 66).
- COTTRELL, Ac Ho (1958). « Theory of Brittle Fracture in Steel and Similar Metals ». *Trans. Met. Soc. AIME* 212 (cf. p. 63).
- DAHMEN, U. (1982). « Orientation Relationships in Precipitation Systems ». *Acta Metallurgica* 30.1, p. 63-73. DOI : [10.1016/0001-6160\(82\)90045-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90045-1) (cf. p. 11, 13).
- DAVENPORT, E. S. et E. C. BAIN (1970). « Transformation of Austenite at Constant Subcritical Temperatures ». *Metallurgical and Materials Transactions B* 1.12, p. 3503-3530. DOI : [10.1007/BF03037892](https://doi.org/10.1007/BF03037892) (cf. p. 25).
- DAVIS, CL et JE KING (1994). « Cleavage Initiation in the Intercritically Reheated Coarse-Grained Heat-Affected Zone : Part I. Fractographic Evidence ». *Metallurgical and materials transactions A* 25, p. 563-573. DOI : [10.1007/BF02651598](https://doi.org/10.1007/BF02651598) (cf. p. 71).
- De VILLIERS, W.M., H.J. de KLERK et G. PIENAAR (1992). « Upper-Nose Temper Embrittlement Phenomena in a Mn-Mo-Ni Pressure Vessel Steel ». *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 50.1-3, p. 215-230. DOI : [10.1016/0308-0161\(92\)90038-H](https://doi.org/10.1016/0308-0161(92)90038-H) (cf. p. 79, 81).
- DIPPENAAR, R. J. et R. W. K. HONEYCOMBE (1973). « The Crystallography and Nucleation of Pearlite ». *Proc. R. Soc. Lond. A* 333, p. 455-467 (cf. p. 21).
- DUBÉ, C. A., H. I. AARONSON et R. F. MEHL (1958). « La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone ». *Revue de Métallurgie* 55.3, p. 201-210. DOI : [10.1051/meta1/195855030201](https://doi.org/10.1051/meta1/195855030201) (cf. p. 20).
- E1921-15AE1, ASTM (2015). *Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, to, for Ferritic Steels in the Transition Range*. ASTM International West Conshohocken (cf. p. 61).
- ECHEVERRIA, A. et J.M. RODRIGUEZ-IBABE (2004). « Cleavage Micromechanisms on Microalloyed Steels. Evolution with Temperature of Some Critical Parameters ». *Scripta Materialia* 50.2, p. 307-312. DOI : [10.1016/j.scriptamat.2003.09.003](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.09.003) (cf. p. 70).
- FAIRCHILD, D. P., D. G. HOWDEN et W. A. T. CLARK (2000). « The Mechanism of Brittle Fracture in a Microalloyed Steel : Part I. Inclusion-induced Cleavage ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 31.3, p. 641-652. DOI : [10.1007/s11661-000-0007-4](https://doi.org/10.1007/s11661-000-0007-4) (cf. p. 71).
- FORGET, P., B. MARINI et L. VINCENT (2016). « Application of Local Approach to Fracture of an RPV Steel : Effect of the Crystal Plasticity on the Critical Carbide Size ». *Procedia Structural Integrity* 2, p. 1660-1667. DOI : [10.1016/j.prostr.2016.06.210](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.210) (cf. p. 64, 84, 85).
- FRANÇOIS, Dominique, André PINEAU et André ZAOUÏ (2013). *Mechanical Behaviour of Materials. Vol. 2 : Fracture Mechanics and Damage*. Solid Mechanics and Its Applications 191. Dordrecht : Springer. 662 p. (cf. p. 65).
- FURUHARA, T. (2012). « Carbide-Containing Bainite in Steels ». *Phase Transformations in Steels*. Sous la dir. d'Elena PERELOMA et David V. EDMONDS. T. 1. Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering. Woodhead Publishing, p. 417-435. DOI : [10.1533/9780857096104.3.417](https://doi.org/10.1533/9780857096104.3.417) (cf. p. 26, 27).
- FURUHARA, T., H. KAWATA, S. MORITO et T. MAKI (2006). « Crystallography of Upper Bainite in Fe-Ni-C Alloys ». *Materials Science and Engineering : A* 431.1-2, p. 228-236. DOI : [10.1016/j.msea.2006.06.032](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.032) (cf. p. 26, 28-30, 32-34, 43).
- FURUHARA, T., H. KAWATA, S. MORITO, G. MIYAMOTO et T. MAKI (2008). « Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 39.5, p. 1003-1013. DOI : [10.1007/s11661-008-9510-9](https://doi.org/10.1007/s11661-008-9510-9) (cf. p. 24, 28).
- GAO, X., C. RUGGIERI et R. H. DODDS (1998). « Calibration of Weibull Stress Parameters Using Fracture Toughness Data ». *International Journal of Fracture* 92, p. 175-200. DOI : [10.1023/A:1007521530191](https://doi.org/10.1023/A:1007521530191) (cf. p. 86).

- GARCIA-MATEO, C., F. G. CABALLERO, M. K. MILLER et J. A. JIMENEZ (2012). « On Measurement of Carbon Content in Retained Austenite in a Nanostructured Bainitic Steel ». *Journal of Materials Science* 47.2, p. 1004-1010. DOI : [10.1007/s10853-011-5880-2](https://doi.org/10.1007/s10853-011-5880-2) (cf. p. 37).
- GHOSH, A., A. RAY, D. CHAKRABARTI et C.L. DAVIS (2013). « Cleavage Initiation in Steel : Competition between Large Grains and Large Particles ». *Materials Science and Engineering : A* 561, p. 126-135. DOI : [10.1016/j.msea.2012.11.019](https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.019) (cf. p. 76).
- GOURGUES, A.-F. (2007). « Application of Electron Backscatter Diffraction to the Study of Phase Transformations ». *International Materials Reviews* 52.2, p. 65-128. DOI : [10.1179/174328007X160254](https://doi.org/10.1179/174328007X160254) (cf. p. 10).
- GOURGUES, A.-F., H.M. FLOWER et T.C. LINDLEY (2000). « Electron Backscattering Diffraction Study of Acicular Ferrite, Bainite, and Martensite Steel Microstructures ». *Materials Science and Technology* 16.1, p. 26-40. DOI : [10.1179/026708300773002636](https://doi.org/10.1179/026708300773002636) (cf. p. 16-18, 24, 28, 34, 42, 43, 73).
- GRENINGER, A. B. et A. R. TROIANO (1949). « The Mechanism of Martensite Formation ». *Metallurgical Transactions* 185, p. 590-598 (cf. p. 13).
- GRIFFITH, Alan Arnold (1921). « VI. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids ». *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character* 221.582-593, p. 163-198 (cf. p. 63).
- GUPTA, Laxya, Bikas C. MAJI, Suman NEOGY, R.N. SINGH et Madangopal KRISHNAN (2022). « Precipitation Behaviour of 20MnMoNi55 RPV Steel in the Temperature Range of 630–670 °C ». *Materials Today Communications* 30, p. 103096. DOI : [10.1016/j.mtcomm.2021.103096](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.103096) (cf. p. 35, 49, 55, 56, 79).
- HABRAKEN, L. (1956). « Sur la transformation bainitique dans les aciers ». *Revue de Métallurgie* 53.12, p. 930-944. DOI : [10.1051/meta/195653120930](https://doi.org/10.1051/meta/195653120930) (cf. p. 36).
- HABRAKEN, LJ et M ECONOMOPOULOS (1967). « Bainitic Microstructures in Low-Carbon Alloy Steels and Their Mechanical Properties » (cf. p. 36, 40).
- HACKENBERG, R (2002). « Morphology and Three-Dimensional Structure of Ferrite Formed below the Bay in an Fe–C–W Alloy ». *Scripta Materialia* 47.6, p. 357-361. DOI : [10.1016/S1359-6462\(02\)00167-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00167-7) (cf. p. 29).
- HAHN, G. T. (1984). « The Influence of Microstructure on Brittle Fracture Toughness ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 15.6, p. 947-959. DOI : [10.1007/BF02644685](https://doi.org/10.1007/BF02644685) (cf. p. 64, 70).
- HAUSILD, Petr (2002). « Transition ductile-fragile d'un acier faiblement allié ». Thèse. Ecole Centrale Paris (cf. p. 34, 64, 71, 75).
- HAUŠILD, P., C. BERDIN et P. BOMPARD (2005). « Prediction of Cleavage Fracture for a Low-Alloy Steel in the Ductile-to-Brittle Transition Temperature Range ». *Materials Science and Engineering : A* 391.1-2, p. 188-197. DOI : [10.1016/j.msea.2004.08.067](https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.067) (cf. p. 66, 69, 72).
- HAUŠILD, P., I. NEDBAL, C. BERDIN et C. PRIOUL (2002). « The Influence of Ductile Tearing on Fracture Energy in the Ductile-to-Brittle Transition Temperature Range ». *Materials Science and Engineering : A* 335.1-2, p. 164-174. DOI : [10.1016/S0921-5093\(01\)01913-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01913-X) (cf. p. 71, 75).
- HAVERKAMP, K.D., K. FORCH, K.-H. PIEHL et W. WITTE (1984). « Effect of Heat Treatment and Precipitation State on Toughness of Heavy Section Mn-Mo-Ni-steel for Nuclear Power Plants Components ». *Nuclear Engineering and Design* 81.2, p. 207-217. DOI : [10.1016/0029-5493\(84\)90008-6](https://doi.org/10.1016/0029-5493(84)90008-6) (cf. p. 56, 81).
- HEHEMANN, R. F., K. R. KINSMAN et H. I. AARONSON (1972). « A Debate on the Bainite Reaction ». *Metallurgical Transactions* 3.5, p. 1077-1094. DOI : [10.1007/BF02642439](https://doi.org/10.1007/BF02642439) (cf. p. 25, 41).
- HEHEMANN, R. F. et J. M. OBLAK (1967). « Structure and Growth of Widmanstaetten Ferrite and Bainite (Crystal Structure and Growth of Widmanstatten Ferrite and Bainite) ». *Transformation and Hardenability in Steels* (cf. p. 26).
- HEHEMANN, RF (1970). « Phase Transformations ». *ASM, Metals Park, OH* 397, p. 40 (cf. p. 39).

- HELL, J.-C. (2018). « Aciers bainitiques sans carbure : caractérisations microstructurale multi-échelle et in situ de la transformation austénite-bainite et relations entre microstructure et comportement mécanique ». Metz : Université Paul Verlaine de Metz (cf. p. 25, 36).
- HOLLOMON, J. H. et L. D. JAFFE (1945). « Time-Temperature Relations in Tempering Steel ». *Trans AIME* 162, p. 223-249 (cf. p. 46, 47).
- HONG, Seokmin, Jaemin SONG, Min-Chul KIM, Kwon-Jae CHOI et Bong-Sang LEE (2016). « Effects of Microstructural Variation on Charpy Impact Properties in Heavy-Section Mn-Mo-Ni Low Alloy Steel for Reactor Pressure Vessel ». *Metals and Materials International* 22.2, p. 196-203. DOI : [10.1007/s12540-016-5568-x](https://doi.org/10.1007/s12540-016-5568-x) (cf. p. 70, 75, 76, 80).
- HWANG, Byoungchul, Yang Gon KIM, Sunghak LEE, Young Min KIM, Nack J. KIM et Jang Yong YOO (2005). « Effective Grain Size and Charpy Impact Properties of High-Toughness X70 Pipeline Steels ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 36.8, p. 2107-2114. DOI : [10.1007/s11661-005-0331-9](https://doi.org/10.1007/s11661-005-0331-9) (cf. p. 76).
- IM, Y. -R., Byeong-Joo LEE, Yong Jun OH, Jun Hwa HONG et Hu-Chul LEE (2004). « Effect of Microstructure on the Cleavage Fracture Strength of Low Carbon Mn-Ni-Mo Bainitic Steels ». *Journal of Nuclear Materials* 324.1, p. 33-40. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2003.09.003](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2003.09.003) (cf. p. 64, 70, 78).
- IM, Y. -R., Yong Jun OH, Byeong-Joo LEE, Jun Hwa HONG et Hu-Chul LEE (2001). « Effects of Carbide Precipitation on the Strength and Charpy Impact Properties of Low Carbon Mn±Ni±Mo Bainitic Steels ». *Journal of Nuclear Materials*, p. 11. DOI : [10.1016/S0022-3115\(01\)00610-9](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(01)00610-9) (cf. p. 54, 78).
- IRVINE, KJ, FB PICKERING, WC HESELWOOD et M ATKINS (1957). « The Physical Metallurgy of Low-Carbon, Low-Alloy Steels Containing Boron ». *Journal of the Iron and Steel Institute* 186, p. 54-67 (cf. p. 49).
- ISAICHEV, I. V. (1947). « Orientation between Cementite and Ferrite ». *Zhurnal Tekhnicheskoi Fiziki* 17, p. 835-838 (cf. p. 18, 35).
- JACK, KH (1951). « Structural Transformations in the Tempering of High-Carbon Martensitic Steels ». *Journal of the Iron and Steel Institute* 169.1, p. 26 (cf. p. 19).
- JIANG, Zhonghua, Yonghan LI, Zhendan YANG, Pei WANG, Dianzhong LI et Yiyi LI (2021). « The Tempering Behavior of Martensite/Austenite Islands on the Mechanical Properties of a Low Alloy Mn-Ni-Mo Steel with Granular Bainite ». *Materials Today Communications* 26, p. 102166. DOI : [10.1016/j.mtcomm.2021.102166](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102166) (cf. p. 36, 37, 41, 48-51).
- JIN, Hyung-Ha, Chansun SHIN, Do Hyun KIM, Kyu Hwan OH et Junhyun KWON (2008). « Evolution of a Needle Shaped Carbide in SA508 Gr3 Steel ». *ISIJ International* 48.12, p. 1810-1812. DOI : [10.2355/isijinternational.48.1810](https://doi.org/10.2355/isijinternational.48.1810) (cf. p. 55).
- KAECHELE, L.E. et A.S. TETELMAN (1969). « A Statistical Investigation of Microcracks Formation ». *ACTA METALLURGICA* 17 (cf. p. 84).
- KALWA, Gerhard, Ekkehard SCHNABEL et Paul SCHWAAB (1986). « Grain Structure of Bainitic and Martensitic Steels ». *Steel Research* 57.5, p. 207-215. DOI : [10.1002/srin.198600755](https://doi.org/10.1002/srin.198600755) (cf. p. 15).
- KANG, Singon, John G. SPEER, Ryan W. REGIER, Hidenori NAKO, Shane C. KENNETT et Kip O. FINDLEY (2016). « The Analysis of Bainitic Ferrite Microstructure in Microalloyed Plate Steels through Quantitative Characterization of Intervariant Boundaries ». *Materials Science and Engineering : A* 669, p. 459-468. DOI : [10.1016/j.msea.2016.05.111](https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.111) (cf. p. 29, 43).
- KAWABATA, F. (1992). « Morphologic Effect of Local Hard Phase on Toughness of Local Brittle Zone ». *Proc. The Workshop on Strength Mismatching and Its Control, Tokyo*, p. 1-11 (cf. p. 36).
- KAWATA, H., K. SAKAMOTO, T. MORITANI, S. MORITO, T. FURUHARA et T. MAKI (2006). « Crystallography of Ausformed Upper Bainite Structure in Fe-9Ni-C Alloys ». *Materials Science and Engineering : A* 438-440, p. 140-144. DOI : [10.1016/j.msea.2006.02.175](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.175) (cf. p. 26, 28).

- KELLY, P. M. (2012). « Crystallography of Martensite Transformations in Steels ». *Phase Transformations in Steels*. Elsevier, p. 3-33 (cf. p. 10).
- KELLY, P.M., A. JOSTSONS et R.G. BLAKE (1990). « The Orientation Relationship between Lath Martensite and Austenite in Low Carbon, Low Alloy Steels ». *Acta Metallurgica et Materialia* 38.6, p. 1075-1081. DOI : [10.1016/0956-7151\(90\)90180-0](https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90180-0) (cf. p. 13, 23).
- KIM, M.-C., Y. JUN OH et K. HWA HONG (2000). « Characterization of Boundaries and Determination of Effective Grain Size in Mn-Mo-Ni Low Alloy Steel from the View of Misorientation ». *Scripta Materialia* 43.3, p. 205-211. DOI : [10.1016/S1359-6462\(00\)00392-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00392-4) (cf. p. 27).
- KIM, M.-C., S.-G. PARK, K.-J. CHOI et B. -S. LEE (2013). « Effect of Cooling Rate on Microstructures and Mechanical Properties in SA508 Gr4N High Strength Low Alloy Steel » (cf. p. 79).
- KIM, S., B. HWANG et S. LEE (2003). « Analysis of Fracture Toughness in the Transition-Temperature Region of an Mn-Mo-Ni Low-Alloy Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 34.6, p. 1275-1281. DOI : [10.1007/s11661-003-0238-2](https://doi.org/10.1007/s11661-003-0238-2) (cf. p. 54).
- KIM, S., S. Y. KANG, S. LEE, S. J. OH, S. -J. KWON, O. H. KIM et al. (2000). « Correlation of the Microstructure and Fracture Toughness of the Heat-Affected Zones of an SA 508 Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 31.4, p. 1107-1119. DOI : [10.1007/s11661-000-0106-2](https://doi.org/10.1007/s11661-000-0106-2) (cf. p. 76).
- KIM, S., S. LEE et B. S. LEE (2003). « Effects of Grain Size on Fracture Toughness in Transition Temperature Region of Mn–Mo–Ni Low-Alloy Steels ». *Materials Science and Engineering : A* 359.1-2, p. 198-209. DOI : [10.1016/S0921-5093\(03\)00344-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00344-7) (cf. p. 76).
- KING, A. D. et T. BELL (1975). « Crystallography of Grain Boundary Proeutectoid Ferrite ». *Metallurgical Transactions A* 6.7, p. 1419-1429. DOI : [10.1007/BF02641934](https://doi.org/10.1007/BF02641934) (cf. p. 20).
- KITAHARA, Hiromoto, Rintaro UEJI, Nobuhiro TSUJI et Yoritoshi MINAMINO (2006). « Crystallographic Features of Lath Martensite in Low-Carbon Steel ». *Acta Materialia* 54.5, p. 1279-1288. DOI : [10.1016/j.actamat.2005.11.001](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.001) (cf. p. 12, 23).
- KRAUSS, G. (2012). « Tempering of Martensite in Carbon Steels ». *Phase Transformations in Steels*. Elsevier, p. 126-150. DOI : [10.1533/9780857096111.1.126](https://doi.org/10.1533/9780857096111.1.126) (cf. p. 47).
- KRAUSS, George (2005). « Steels : Processing ». *Structure, and Performance* 2, p. 30-31 (cf. p. 23).
- KROON, M. (2005). « Micromechanics of Cleavage Fracture Initiation in Ferritic Steels by Carbide Cracking ». *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 53.1, p. 171-196. DOI : [10.1016/j.jmps.2004.05.008](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2004.05.008) (cf. p. 66).
- KURDJUMOV, G. et G. SACHS (1930). « Über Den Mechanismus Der Stahlhärtung ». *Zeitschrift fur Physik* 64.5-6, p. 325-343. DOI : [10.1007/BF01397346](https://doi.org/10.1007/BF01397346) (cf. p. 11, 20).
- LAMBERT, A, X GARAT, T STUREL, A.-F. GOURGUES et A GINGELL (2000). « Application of Acoustic Emission to the Study of Cleavage Fracture Mechanism in a HSLA Steel ». *Scripta Materialia* 43.2, p. 161-166. DOI : [10.1016/S1359-6462\(00\)00386-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00386-9) (cf. p. 71).
- LAMBERT-PERLADE, A. (2001). « Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage ». Mines ParisTech (cf. p. 11, 27, 28, 34, 36).
- LAMBERT-PERLADE, A., A.-F. GOURGUES, J. BESSON, T. STUREL et A. PINEAU (2004). « Mechanisms and Modeling of Cleavage Fracture in Simulated Heat-Affected Zone Microstructures of a High-Strength Low Alloy Steel ». *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*, p. 15 (cf. p. 65, 66).
- LAMBERT-PERLADE, A., A.-F. GOURGUES et A. PINEAU (2004). « Austenite to Bainite Phase Transformation in the Heat-Affected Zone of a High Strength Low Alloy Steel ». *Acta Materialia* 52.8, p. 2337-2348. DOI : [10.1016/j.actamat.2004.01.025](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.01.025) (cf. p. 11, 26, 28-30, 43).
- LAN, L., C. QIU, H. SONG et D. ZHAO (2014). « Correlation of Martensite–Austenite Constituent and Cleavage Crack Initiation in Welding Heat Affected Zone of Low Carbon Bainitic Steel ». *Materials Letters* 125, p. 86-88. DOI : [10.1016/j.matlet.2014.03.123](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.03.123) (cf. p. 78).

- LARSON, Frank R et James MILLER (1952). « A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses ». *Transactions of the American Society of Mechanical Engineers* 74.5, p. 765-771 (cf. p. 47).
- LEE, Ki-Hyoung, Myung Jo JHUNG, Min-Chul KIM et Bong-Sang LEE (2014). « Effects of Tempering and Pwht on Microstructures and Mechanical Properties of SA508GR.4N Steel ». *Nuclear Engineering and Technology* 46.3, p. 413-422. DOI : [10.5516/NET.07.2013.088](https://doi.org/10.5516/NET.07.2013.088) (cf. p. 81).
- LEE, K. H., M. C. KIM, W. J. YANG et B. S. LEE (2013). « Evaluation of Microstructural Parameters Controlling Cleavage Fracture Toughness in Mn–Mo–Ni Low Alloy Steels ». *Materials Science and Engineering : A* 565, p. 158-164. DOI : [10.1016/j.msea.2012.12.024](https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.024) (cf. p. 77, 78).
- LEE, S., S KIM, B. HWANG, B. S. LEE et C. G. LEE (2002). « Effect of Carbide Distribution on the Fracture Toughness in the Transition Temperature Region of an SA 508 Steel ». *Acta Materialia* 50.19, p. 4755-4762. DOI : [10.1016/S1359-6454\(02\)00313-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00313-0) (cf. p. 54, 56, 70, 78, 85).
- LEE, Y.-K. (2002). « Empirical Formula of Isothermal Bainite Start Temperature of Steels ». *Journal of Materials Science Letters* 21.16, p. 1253-1255. DOI : [10.1023/A:1016555119230](https://doi.org/10.1023/A:1016555119230) (cf. p. 25).
- LI, C. W., L. HAN, Guanghua YAN, Qingdong LIU, Xiaomeng LUO et Jianfeng GU (2016). « Time-Dependent Temper Embrittlement of Reactor Pressure Vessel Steel : Correlation between Microstructural Evolution and Mechanical Properties during Tempering at 650 °C ». *Journal of Nuclear Materials* 480, p. 344-354. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2016.08.039](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.08.039) (cf. p. 49, 50, 53, 54, 78-81).
- LI, C.W., L.Z. HAN, X.M. LUO, Q.D. LIU et J.F. GU (2016). « Effect of Tempering Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Reactor Pressure Vessel Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 477, p. 246-256. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2016.05.017](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.05.017) (cf. p. 50, 53, 54, 56, 78-81).
- LI, X., Jingxiao ZHAO, Jingliang WANG, Xuelin WANG, Shilong LIU et Chengjia SHANG (2020). « Effect of Boundaries on Toughness in High-Strength Low-Alloy Steels from the View of Crystallographic Misorientation ». *Materials Letters* 259, p. 126841. DOI : [10.1016/j.matlet.2019.126841](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126841) (cf. p. 76).
- LIBERT, M., C. REY, L. VINCENT et B. MARINI (2011). « Temperature Dependant Polycrystal Model Application to Bainitic Steel Behavior under Tri-Axial Loading in the Ductile–Brittle Transition ». *International Journal of Solids and Structures* 48.14-15, p. 2196-2208. DOI : [10.1016/j.ijsolstr.2011.03.026](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.03.026) (cf. p. 85).
- LIN, Tsann, A. G. EVANS et R. O. RITCHIE (1987). « Stochastic Modeling of the Independent Roles of Particle Size and Grain Size in Transgranular Cleavage Fracture ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 18.4, p. 641-651. DOI : [10.1007/BF02649480](https://doi.org/10.1007/BF02649480) (cf. p. 74).
- LIU, D., M. LUO, B. CHENG, R. CAO et J. CHEN (2018). « Microstructural Evolution and Ductile-to-Brittle Transition in a Low-Carbon MnCrMoNiCu Heavy Plate Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.10, p. 4918-4936. DOI : [10.1007/s11661-018-4823-9](https://doi.org/10.1007/s11661-018-4823-9) (cf. p. 78).
- LIU, S. K., L. YANG, D. G. ZHU et J. ZHANG (1994). « The Influence of the Alloying Elements upon the Transformation Kinetics and Morphologies of Ferrite Plates in Alloy Steels ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 25.9, p. 1991-2000. DOI : [10.1007/BF02649047](https://doi.org/10.1007/BF02649047) (cf. p. 29).
- LIU, S. K. et G. Y. ZHANG (1990). « The Effect of Mn and Si on the Morphology and Kinetics of the Bainite Transformation in Fe-C-Ti Alloys ». *Metallurgical Transactions A* 21.6, p. 1509-1515. DOI : [10.1007/BF02672565](https://doi.org/10.1007/BF02672565) (cf. p. 29).
- LU, Chuanyang, Yanming HE, Zengliang GAO, Jianguo YANG, Weiya JIN et Zhigang XIE (2017). « Microstructural Evolution and Mechanical Characterization for the A508–3 Steel before and after Phase Transition ». *Journal of Nuclear Materials* 495, p. 103-110. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2017.08.013](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.08.013) (cf. p. 79).
- LUBIN, S. (2009). « Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone ». Mines ParisTech (cf. p. 22, 43).

- MAKI, T et I TAMURA (1984). « Thin Plate Martensite in Ferrous Alloys and Its Various Properties ». *Bull. Jpn. Inst. Met.* 23.4, p. 229-237 (cf. p. 23).
- MAKI, T. (2012). « Morphology and Substructure of Martensite in Steels ». *Phase Transformations in Steels*. Elsevier, p. 34-58. DOI : [10.1533/9780857096111.1.34](https://doi.org/10.1533/9780857096111.1.34) (cf. p. 23, 37).
- MAKI, Tadashi, Kaneaki TSUZAKI et Imao TAMURA (1980). « The Morphology of Microstructure Composed of Lath Martensites in Steels ». *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan* 20.4, p. 207-214. DOI : [10.2355/isijinternational1966.20.207](https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.20.207) (cf. p. 24).
- MÄNTYLÄ, M., A. ROSSOLL, I. NEDBAL, C. PRIOUL et B. MARINI (1999). « Fractographic Observations of Cleavage Fracture Initiation in a Bainitic A508 Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 264.3, p. 257-262. DOI : [10.1016/S0022-3115\(98\)00496-6](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(98)00496-6) (cf. p. 69, 71, 75).
- MARINI, B. (2020). « Empirical Estimation of Uncertainties of Charpy Impact Testing Transition Temperatures for an RPV Steel ». *EPJ Nuclear Sciences & Technologies* 6, p. 57. DOI : [10.1051/epjn/2020019](https://doi.org/10.1051/epjn/2020019) (cf. p. 81).
- MARTÍN-MEIZOSO, A., I. OCAÑA-ARIZCORRETA, J. GIL-SEVILLANO et M. FUENTES-PÉREZ (1994). « Modelling Cleavage Fracture of Bainitic Steels ». *Acta Metallurgica et Materialia* 42.6, p. 2057-2068. DOI : [10.1016/0956-7151\(94\)90031-0](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90031-0) (cf. p. 65).
- MATHIEU, Jean-Philippe (2006). « Analyse et Modélisation Micromécanique Du Comportement et de La Rupture Fragile de l'acier 16MND5 : Prise En Compte Des Hétérogénéités Microstructurales ». Theses. Arts et Métiers ParisTech (cf. p. 64, 69, 72, 74).
- MATHIEU, Jean-Philippe, Karim INAL, Sophie BERVEILLER et Olivier DIARD (2010). « A Micromechanical Interpretation of the Temperature Dependence of Beremin Model Parameters for French RPV Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 406.1, p. 97-112. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2010.02.025](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.02.025) (cf. p. 64-66).
- MATSUDA, Fukuhisa, Kenji IKEUCHI, Hitoshi OKADA, Ivan HRIVNAK et Hwa-Soon PARK (1994). *Effect of M-A Constituent on Fracture Behavior of 780 and 980MPa Class HSLA Steels Subjected to Weld HAZ Thermal Cycles (Materials, Metallurgy & Weldability)*. DOI : [10.18910/6590](https://doi.org/10.18910/6590). Welding Research Institute Osaka University : 2. URL : <https://doi.org/10.18910/6590> (visité le 13/03/2023). preprint (cf. p. 36).
- MCMECKING, R.M. (1977). « Finite Deformation Analysis of Crack-Tip Opening in Elastic-Plastic Materials and Implications for Fracture ». *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 25.5, p. 357-381. DOI : [10.1016/0022-5096\(77\)90003-5](https://doi.org/10.1016/0022-5096(77)90003-5) (cf. p. 71).
- MEHL, R.F. (1939). « Hardenability of Alloy Steels ». *American Society for Metals* 1, p. 1-65 (cf. p. 34, 39, 41).
- MILLER, LE (1970). « Tensile Fracture in Carbon Steels ». *Journal of the Iron and Steel Institute* 208, p. 998-1005 (cf. p. 71).
- MORITANI, T, N MIYAJIMA, T FURUHARA et T MAKI (2002). « Comparison of Interphase Boundary Structure between Bainite and Martensite in Steel ». *Scripta Materialia*, p. 7. DOI : [10.1016/S1359-6462\(02\)00128-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00128-8) (cf. p. 26, 27).
- MORITO, S, H SAITO, T OGAWA, T FURUHARA et T MAKI (2005). « Effect of Austenite Grain Size on the Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Low Carbon Steels ». *ISIJ International* 45.1, p. 4. DOI : [10.2355/isijinternational.45.91](https://doi.org/10.2355/isijinternational.45.91) (cf. p. 24, 28).
- MORITO, S., X. HUANG, T. FURUHARA, T. MAKI et N. HANSEN (2006). « The Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Alloy Steels ». *Acta Materialia* 54.19, p. 5323-5331. DOI : [10.1016/j.actamat.2006.07.009](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.009) (cf. p. 23, 25).
- MORITO, S., A.H. PHAM, T. HAYASHI et T. OHBA (2015). « Block Boundary Analyses to Identify Martensite and Bainite ». *Materials Today : Proceedings* 2, S913-S916. DOI : [10.1016/j.matpr.2015.07.430](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.430) (cf. p. 29, 42).
- MORITO, S., H. TANAKA, R. KONISHI, T. FURUHARA et T. MAKI (2003). « The Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Fe-C Alloys ». *Acta Materialia* 51.6, p. 1789-1799. DOI : [10.1016/S1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3) (cf. p. 23, 25).

- MURRY, Guy (1998). « Transformations dans les aciers », p. 62. DOI : [10.51257/a-v2-m1115](https://doi.org/10.51257/a-v2-m1115) (cf. p. 21).
- NAM, Won Jong (1999). « Effect of Initial Microstructure on the Coarsening Behavior of Cementite Particles ». *ISIJ International* 39.11, p. 1181-1187. DOI : [10.2355/isijinternational.39.1181](https://doi.org/10.2355/isijinternational.39.1181) (cf. p. 56).
- NARSTRÖM, Torbjörn et Måns ISACSSON (1999). « Microscopic Investigation of Cleavage Initiation in Modified A508B Pressure Vessel Steel ». *Materials Science and Engineering : A* 271.1-2, p. 224-231. DOI : [10.1016/S0921-5093\(99\)00201-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00201-4) (cf. p. 69, 70).
- NAYLOR, J. P. (1979). « The Influence of the Lath Morphology on the Yield Stress and Transition Temperature of Martensitic- Bainitic Steels ». *Metallurgical Transactions A* 10.7, p. 861-873. DOI : [10.1007/BF02658305](https://doi.org/10.1007/BF02658305) (cf. p. 77).
- NAYLOR, J. P. et M. GUTTMANN (1981). « Mechanism of Upper-Nose Temper Embrittlement in Mn-Ni-Mo A533 Gr. B Steel ». *Metal Science* 15.10, p. 433-441. DOI : [10.1179/msc.1981.15.10.433](https://doi.org/10.1179/msc.1981.15.10.433) (cf. p. 49, 54, 56, 57, 81).
- NAYLOR, J. P. et P. R. KRAHE (1974). « The Effect of the Bainite Packet Size on Toughness ». *Metallurgical Transactions* 5.7, p. 1701-1704. DOI : [10.1007/BF02646352](https://doi.org/10.1007/BF02646352) (cf. p. 77).
- (1975). « Cleavage Planes in Lath Type Bainite and Martensite ». *Metallurgical Transactions A* 6.3, p. 594-598. DOI : [10.1007/BF02658424](https://doi.org/10.1007/BF02658424) (cf. p. 73).
- NEMOTO, Yoshiki, Kazuki SHIBANUMA, Katsuyuki SUZUKI, Sunao SADAMATSU, Yoshitaka ADACHI et Shuji AIHARA (2017). « 3D Observation of Micro-cracks as Cleavage Fracture Initiation Site in Ferrite-pearlite Steel ». *ISIJ International* 57.4, p. 746-754. DOI : [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-607](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-607) (cf. p. 71).
- NOHAVA, J., P. HAUŠILD, M. KARLIK et P. BOMPARD (2003). « Electron Backscattering Diffraction Analysis of Secondary Cleavage Cracks in a Reactor Pressure Vessel Steel ». *Materials Characterization* 49.3, p. 211-217. DOI : [10.1016/S1044-5803\(02\)00360-1](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(02)00360-1) (cf. p. 34, 73, 74).
- ODETTE, G.R., T. YAMAMOTO, H.J. RATHBUN, M.Y. HE, M.L. HRIBERNIK et J.W. RENSMAN (2003). « Cleavage Fracture and Irradiation Embrittlement of Fusion Reactor Alloys : Mechanisms, Multiscale Models, Toughness Measurements and Implications to Structural Integrity Assessment ». *Journal of Nuclear Materials* 323.2-3, p. 313-340. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2003.08.023](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2003.08.023) (cf. p. 66).
- OHMORI, Y., Y. C. JUNG, H. UENO, K. NAKAI et H. OHTSUBO (1996). « Crystallographic Analysis of Upper Bainite in Fe-9%Ni-C Alloys ». *Materials Transactions, JIM* 37.11, p. 1665-1671. DOI : [10.2320/matertrans1989.37.1665](https://doi.org/10.2320/matertrans1989.37.1665) (cf. p. 26, 34, 35).
- OHMORI, Y., Y.-C JUNG, K NAKAI et H SHIOIRI (2001). « Bainite Transformation and the Diffusional Migration of Bainite/Austenite Broad Interfaces in Fe-9%Ni-C Alloys ». *Acta Materialia* 49.16, p. 3149-3162. DOI : [10.1016/S1359-6454\(01\)00234-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00234-8) (cf. p. 29).
- OHMORI, Y. (1971). « The Crystallography of the Lower Bainite Transformation in a Plain Carbon Steel ». *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan* 11.2, p. 95-101. DOI : [10.2355/isijinternational1966.11.95](https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.11.95) (cf. p. 35, 42).
- OHMORI, Y., H. OHTANI et T. KUNITAKE (1971). « The Bainite in Low Carbon Low Alloy High Strength Steels ». *Tetsu-to-Hagane* 57.10, p. 1690-1705. DOI : [10.2355/tetsutohagane1955.57.10_1690](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.57.10_1690) (cf. p. 39).
- OHTANI, H., S. OKAGUCHI, Y. FUJISHIRO et Y. OHMORI (1990). « Morphology and Properties of Low-Carbon Bainite ». *Metallurgical Transactions A* 21.3, p. 877-888. DOI : [10.1007/BF02656571](https://doi.org/10.1007/BF02656571) (cf. p. 26, 27, 34, 38-40).
- OKADA, H, K IKEUCHI, F MATSUDA et I HRIVNAK (1995). « Effects of M-A Constituent on Fracture Behaviour of Weld HAZs : Deterioration and Improvement of HAZ Toughness in 780 and 980 MPa Class HSLA Steels Welded with High Heat Input (5th Report) ». *Welding International* 9.8, p. 621-628. DOI : [10.1080/09507119509548864](https://doi.org/10.1080/09507119509548864) (cf. p. 36).

- ORTNER, S., J. DUFF et D.W. BEARDSMORE (2005). « Characterisation of Euro 'A' Reference Steel for Application of EOH Model of Brittle Fracture ». *Nexia Solutions Report* (cf. p. 64, 70).
- PANCHOLI, V., Madangopal KRISHNAN, I.S. SAMAJDAR, V. YADAV et N.B. BALLAL (2008). « Self-Accommodation in the Bainitic Microstructure of Ultra-High-Strength Steel ». *Acta Materialia* 56.9, p. 2037-2050. DOI : [10.1016/j.actamat.2007.12.057](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.12.057) (cf. p. 26, 28).
- PANPURIN, S.N., Nikolay Y. ZOLOTOREVSKY, Yuri F. TITOVETS, A.A. ZISMAN et E.I. KHLUSOVA (2013). « Crystallographic Features of Low-Carbon Bainite Formed under Non-Isothermal Conditions ». *Materials Science Forum* 762, p. 110-115. DOI : [10.4028/www.scientific.net/MSF.762.110](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.762.110) (cf. p. 43).
- PARK, Y. J. et I. M. BERNSTEIN (1979). « The Process of Crack Initiation and Effective Grain Size for Cleavage Fracture in Pearlitic Eutectoid Steel ». *Metallurgical Transactions A* 10.11, p. 1653-1664. DOI : [10.1007/BF02811698](https://doi.org/10.1007/BF02811698) (cf. p. 71).
- PERELOMA, E. et D. V. EDMONDS (2012a). *Phase Transformations in Steels - Volume 1 : Fundamentals and Diffusion-Controlled Transformations*. Woodhead Publishing (cf. p. 22).
- (2012b). *Phase Transformations in Steels - Volume 2 : Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques*. Woodhead Publishing (cf. p. 20).
- PINEAU, A. (2006). « Development of the Local Approach to Fracture over the Past 25 Years : Theory and Applications ». *International Journal of Fracture* 138.1-4, p. 139-166. DOI : [10.1007/s10704-006-0035-1](https://doi.org/10.1007/s10704-006-0035-1) (cf. p. 63).
- PITSCH, W (1962). « Der Orientierungszusammenhang Zwischen Zementit Und Ferrit Im Perlit ». *Acta metallurgica* 10.1, p. 79-80. DOI : [10.1016/0001-6160\(62\)90190-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(62)90190-6) (cf. p. 18).
- PODDER, A. Saha, I. LONARDELLI, A. MOLINARI et H. K. D. H. BHADSHIA (2011). « Thermal Stability of Retained Austenite in Bainitic Steel : An *in Situ* Study ». *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 467.2135, p. 3141-3156. DOI : [10.1098/rspa.2011.0212](https://doi.org/10.1098/rspa.2011.0212) (cf. p. 51).
- REN, Sicong, Bernard MARINI, Pierre JOLY et Patrick TODESCHINI (2020). « Microstructure-Informed Modelling of the Fracture Toughness of Alloys Representing Macro-Segregated Zones in Heavy Forgings ». *Procedia Structural Integrity* 28, p. 684-692. DOI : [10.1016/j.prostr.2020.10.079](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.10.079) (cf. p. 64).
- RENEVEY, Stéphane (1998). « Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de la transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié ». Paris 9 Orsay (cf. p. 49, 59, 69).
- ROSENFELD, A. R. et D. K. SHETTY (1983). « Cleavage Fracture of Steel in the Upper Ductile-Brittle Transition Region ». *Engineering Fracture Mechanics* 17.5, p. 461-470. DOI : [10.1016/0013-7944\(83\)90042-5](https://doi.org/10.1016/0013-7944(83)90042-5) (cf. p. 69).
- ROSENFELD, A. R., D. K. SHETTY et A. J. SKIDMORE (1983). « Fractographic Observations of Cleavage Initiation in the Ductile-Brittle Transition Region of a Reactor-Pressure-Vessel Steel ». *Metallurgical Transactions A* 14.9, p. 1934-1937. DOI : [10.1007/BF02645567](https://doi.org/10.1007/BF02645567) (cf. p. 69).
- ROSSOLL, A. (1998). « Détermination de la ténacité d'un acier faiblement allié à partir de l'essai Charpy instrumenté ». Centrale Paris (cf. p. 61, 69).
- ROSSOLL, A., C. BERDIN et C. PRIOUL (2002). « Determination of the Fracture Toughness of a Low Alloy Steel by the Instrumented Charpy Impact Test », p. 22 (cf. p. 61, 75).
- SCOTT, C.P. et J. DRILLET (2007). « A Study of the Carbon Distribution in Retained Austenite ». *Scripta Materialia* 56.6, p. 489-492. DOI : [10.1016/j.scriptamat.2006.11.033](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.11.033) (cf. p. 37).
- SHACKLETON, DN et PM KELLY (1965). « Morphology of Bainite ». *Physical Properties of Martensite and Bainite, ISI, Special Report* 93, p. 126-134 (cf. p. 35).
- SHIBANUMA, Kazuki, Shuji AIHARA et Shigeru OHTSUKA (2014). « Observation and Quantification of Crack Nucleation in Ferrite-Cementite Steel ». *ISIJ International* 54.7, p. 1719-1728. DOI : [10.2355/isijinternational.54.1719](https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.1719) (cf. p. 71).

- SHIBANUMA, Kazuki, Yoshiki NEMOTO, Takashi HIRAIDE, Katsuyuki SUZUKI et Shuji AIHARA (2017). « Investigation of Micro-crack Initiation as a Trigger of Cleavage Fracture in Ferrite-pearlite Steels ». *ISIJ International* 57.2, p. 365-373. DOI : [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-396](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-396) (cf. p. 71).
- SINGH, S.B. (2012). « Mechanisms of Bainite Transformation in Steels ». *Phase Transformations in Steels*. Elsevier, p. 385-416. DOI : [10.1533/9780857096104.3.385](https://doi.org/10.1533/9780857096104.3.385) (cf. p. 25, 35).
- SMITH, E. (1966). « The Nucleation and Growth of Cleavage Microcracks in Mild Steel ». *Proceedings of Physical Basis of Yield and Fracture, Physical Society of Oxford*, p. 30-46 (cf. p. 63).
- SPANOS, G., H. S. FANG et H. I. AARONSON (1990). « A Mechanism for the Formation of Lower Bainite ». *Metallurgical Transactions A* 21.6, p. 1381-1390. DOI : [10.1007/BF02672558](https://doi.org/10.1007/BF02672558) (cf. p. 34).
- SRINIVASAN, G.R et C.M WAYMAN (1968). « The Crystallography of the Bainite Transformation—I ». *Acta Metallurgica* 16.5, p. 621-636. DOI : [10.1016/0001-6160\(68\)90136-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(68)90136-3) (cf. p. 35).
- STEVEN, W. (1956). « The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low Alloy Steels, Some Effects of Chemical Composition ». *Journal of the Iron and Steel Institute* 183, p. 349-359 (cf. p. 25).
- STROH, A. N. (1954). « The Formation of Cracks as a Result of Plastic Flow ». *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 223.1154, p. 404-414. DOI : [10.1098/rspa.1954.0124](https://doi.org/10.1098/rspa.1954.0124) (cf. p. 63).
- SUIKKANEN, Pasi P., Cyril CAYRON, Anthony J. DEARDO et L. Pentti KARJALAINEN (2013). « Crystallographic Analysis of Isothermally Transformed Bainite in 0.2C–2.0Mn–1.5Si–0.6Cr Steel Using EBSD ». *Journal of Materials Science & Technology* 29.4, p. 359-366. DOI : [10.1016/j.jmst.2013.01.015](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.01.015) (cf. p. 30, 43).
- SUN, Duanjun, Zhenghong GUO et Jianfeng GU (2021). « The Microstructure and Crystallography of Lath Martensite with Greninger-Troiano Orientation Relationship in a Fe-12.8Ni-1.5Si-0.22%C Steel ». *Materials Characterization* 181, p. 111501. DOI : [10.1016/j.matchar.2021.111501](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111501) (cf. p. 13, 14, 23).
- SWARR, Thomas et George KRAUSS (1976). « The Effect of Structure on the Deformation of As-Quenched and Tempered Martensite in an Fe-0.2 Pct C Alloy ». *Metallurgical Transactions A* 7A, p. 41-48 (cf. p. 24).
- TAKAYAMA, N., G. MIYAMOTO et T. FURUHARA (2012). « Effects of Transformation Temperature on Variant Pairing of Bainitic Ferrite in Low Carbon Steel ». *Acta Materialia* 60.5, p. 2387-2396. DOI : [10.1016/j.actamat.2011.12.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.018) (cf. p. 28, 29, 31, 32).
- TANGUY, B. (2001). « Modélisation de l'essai Charpy par approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition. » Mines ParisTech (cf. p. 69).
- TANGUY, B., J. BESSON, R. PIQUES et A. PINEAU (2005). « Ductile to Brittle Transition of an A508 Steel Characterized by Charpy Impact Test Part I : Experimental Results ». *Engineering Fracture Mechanics* 72.1, p. 49-72. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2004.03.010](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2004.03.010) (cf. p. 71, 75).
- TANGUY, B., A. PINEAU et J. BESSON (2003). « Comment on “Effect of Carbide Distribution on the Fracture Toughness in the Transition Temperature Region of an SA 508 Steel” ». *Scripta Materialia* 49.2, p. 191-197. DOI : [10.1016/S1359-6462\(03\)00239-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(03)00239-2) (cf. p. 70).
- THEWLIS, G. (2004). « Classification and Quantification of Microstructures in Steels ». *Materials Science and Technology* 20.2, p. 143-160. DOI : [10.1179/026708304225010325](https://doi.org/10.1179/026708304225010325) (cf. p. 20, 21, 34).
- TOMITA, Yoshiyuki et Kunio OKABAYASHI (1986). « Effect of Microstructure on Strength and Toughness of Heat-Treated Low Alloy Structural Steels ». *Metallurgical Transactions A* 17.7, p. 1203-1209. DOI : [10.1007/BF02665319](https://doi.org/10.1007/BF02665319) (cf. p. 77).
- VINCENT, L., L. GELEBART, R. DAKHLAOUI et B. MARINI (2011). « Stress Localization in BCC Polycrystals and Its Implications on the Probability of Brittle Fracture ». *Materials Science and Engineering : A* 528.18, p. 5861-5870. DOI : [10.1016/j.msea.2011.04.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.003) (cf. p. 85).

- VINCENT, L., M. LIBERT, B. MARINI et C. REY (2010). « Towards a Modelling of RPV Steel Brittle Fracture Using Crystal Plasticity Computations on Polycrystalline Aggregates ». *Journal of Nuclear Materials* 406.1, p. 91-96. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2010.07.022](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.07.022) (cf. p. 85).
- WALLIN, K. (1984). « The Scatter in K_{1c} Results », p. 9 (cf. p. 60).
- (1985). « The Size Effect in K_{1c} Results ». *Engineering fracture mechanics* 22.1, p. 149-163. DOI : [10.1016/0013-7944\(85\)90167-5](https://doi.org/10.1016/0013-7944(85)90167-5) (cf. p. 60).
- (1989). « A Simple Theoretical Charpy-V-K_{1c} Correlation for Irradiation Embrittlement ». *ASME PVP* 170, p. 93-100 (cf. p. 61).
- (1991). « Statistical Modelling of Fracture in the Ductile-to-Brittle Transition Region ». *Defect Assessment in Components - Fundamentals and Applications*, p. 415-445 (cf. p. 60).
- (1993a). « Macroscopic Nature of Brittle Fracture ». *Le Journal de Physique IV* 03.C7, p. C7-575-C7-584. DOI : [10.1051/jp4:1993795](https://doi.org/10.1051/jp4:1993795) (cf. p. 60).
- (1993b). *Recommendations for the Application of Fracture Toughness Data for Structural Integrity Assessments*. Nuclear Energy Agency of the OECD (NEA), p. 480-509 (cf. p. 60).
- (2010). « Structural Integrity Assessment Aspects of the Master Curve Methodology ». *Engineering Fracture Mechanics* 77.2, p. 285-292. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2009.02.010](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2009.02.010) (cf. p. 60).
- WALLIN, K., T. SAARIO et K. TÖRRÖNEN (1984). « Statistical Model for Carbide Induced Brittle Fracture in Steel ». *Metal Science* 18.1, p. 13-16. DOI : [10.1179/030634584790420384](https://doi.org/10.1179/030634584790420384) (cf. p. 62, 64).
- WANG, Chunfang, Maoqiu WANG, Jie SHI, Weijun HUI et Han DONG (2008). « Effect of Microstructural Refinement on the Toughness of Low Carbon Martensitic Steel ». *Scripta Materialia*, p. 4. DOI : [10.1016/j.scriptamat.2007.10.053](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.053) (cf. p. 77).
- WANG, G.Z, Y.G LIU et J.H CHEN (2004). « Investigation of Cleavage Fracture Initiation in Notched Specimens of a C-Mn Steel with Carbides and Inclusions ». *Materials Science and Engineering : A* 369.1-2, p. 181-191. DOI : [10.1016/j.msea.2003.11.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.11.003) (cf. p. 70).
- WASSERMANN, Günter (1933). « Einfluß Der α - γ -Umwandlung Eines Irreversiblen Nickelstahls Auf Kristallorientierung Und Zugfestigkeit ». *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 6.8, p. 347-351. DOI : [10.1002/srin.193300427](https://doi.org/10.1002/srin.193300427). eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/srin.193300427> (cf. p. 11).
- WU, Sujun, Huijin JIN, Yanbin SUN et Luwei CAO (2014). « Critical Cleavage Fracture Stress Characterization of A508 Nuclear Pressure Vessel Steels ». *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 123-124, p. 92-98. DOI : [10.1016/j.ijpvp.2014.08.003](https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2014.08.003) (cf. p. 56, 72).
- XIE, C., Z. LIU, X. HE, X. WANG et S. QIAO (2020). « Effect of Martensite-Austenite Constituents on Impact Toughness of Pre-Tempered MnNiMo Bainitic Steel ». *Materials Characterization*, p. 110139. DOI : [10.1016/j.matchar.2020.110139](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110139) (cf. p. 36, 78).
- XIE, C., Z. LIU, X. WANG, X. HE et S. QIAO (2020). « Effect of Two-Step Tempering Treatment on Microstructure and Impact Toughness of Bainitic Steel for Heavy Wall Thickness Reactor Pressure Vessels ». *Materials Characterization* 160, p. 110070. DOI : [10.1016/j.matchar.2019.110070](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110070) (cf. p. 78).
- YAN, Guanghua, Lizhan HAN, Chuanwei LI, Xiaomeng LUO et Jianfeng GU (2017). « Characteristic of Retained Austenite Decomposition during Tempering and Its Effect on Impact Toughness in SA508 Gr.3 Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 483, p. 167-175. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2016.11.011](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.11.011) (cf. p. 50, 78).
- YANG, Won-Jon, Bong-Sang LEE, Yong-Jun OH, Moo-Young HUH et Jun-Hwa HONG (2004). « Microstructural Parameters Governing Cleavage Fracture Behaviors in the Ductile-Brittle Transition Region in Reactor Pressure Vessel Steels ». *Materials Science and Engineering : A* 379.1-2, p. 17-26. DOI : [10.1016/j.msea.2003.10.289](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.289) (cf. p. 71, 78).

- YANG, Z., Z. LIU, X. HE, S. QIAO et C. XIE (2018). « Effect of Microstructure on the Impact Toughness and Temper Embrittlement of SA508Gr.4N Steel for Advanced Pressure Vessel Materials ». *Scientific Reports* 8.1, p. 207. DOI : [10.1038/s41598-017-18434-3](https://doi.org/10.1038/s41598-017-18434-3) (cf. p. 23, 76).
- YU, Meifang, Zhen LUO et Y.J. CHAO (2015). « Correlations between Charpy V-notch Impact Energy and Fracture Toughness of Nuclear Reactor Pressure Vessel (RPV) Steels ». *Engineering Fracture Mechanics* 147, p. 187-202. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2015.08.008](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.08.008) (cf. p. 61).
- ZAJAC, S., V. SCHWINN et K.-H. TACKE (2005). « Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels ». *Materials Science Forum* 500-501, p. 387-394. DOI : [10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387) (cf. p. 25, 34-40, 42, 43).
- ZENER, Clarence (1948). « The Micro-Mechanism of Fracture ». *Fracturing of metals* 3 (cf. p. 63).
- ZHANG, X.Z. et J.F. KNOTT (1999). « Cleavage Fracture in Bainitic and Martensitic Microstructures ». *Acta Materialia* 47.12, p. 3483-3495. DOI : [10.1016/S1359-6454\(99\)00200-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00200-1) (cf. p. 72).

Chapitre 2

Caractérisation de l'état à réception, détermination et réalisation du plan de traitement thermique

Objectifs

Notre objectif est de relier microstructure, paramètres de traitement thermique et propriétés à rupture. Pour cela nous allons simuler le traitement thermique subi par le matériau en différents points de l'épaisseur d'un gros forgé. Nous disposons d'un matériau issu d'une production industrielle qu'il nous est souhaitable de caractériser (microstructuralement et mécaniquement) et traiter thermiquement afin d'obtenir les microstructures typiques de celles obtenues lors du traitement thermique de qualité (*TTQ*). L'homogénéité du matériau d'étude est cruciale afin de bien isoler les effets de la microstructure et du traitement thermique. Dans ce chapitre, nous allons donc caractériser l'état à réception du matériau d'un point de vue mécanique et microstructural. Puis nous étudierons ses évolutions microstructurales lors d'un refroidissement de type *TTQ* afin de déterminer les vitesses de refroidissement de l'étude à utiliser. Enfin nous présenterons les matériaux bruts de refroidissement obtenus et la réalisation des revenus.

Table des matières

| | | |
|-------|--|-----|
| 1 | Origine du matériau | 103 |
| 2 | Caractérisation métallurgique du matériau à réception | 107 |
| 2.1 | Composition chimique et dureté du matériau | 107 |
| 2.1.1 | Variations à l'échelle macroscopique | 107 |
| 2.1.2 | Variations de la composition à l'échelle microstructurale | 110 |
| 2.2 | Caractérisation microstructurale | 112 |
| 3 | Analyse de la population d'inclusions du matériau à réception | 115 |
| 4 | Caractérisation des propriétés mécaniques et à rupture du matériau à réception | 120 |
| 4.1 | Détermination des propriétés en traction du matériau à réception | 120 |
| 4.2 | Détermination de la transition ductile-fragile du matériau à réception | 123 |
| 5 | Réalisation des traitements thermiques et transformations du matériau | 126 |
| 5.1 | Détermination du plan de traitement thermique | 126 |
| 5.2 | Étude des transformations au refroidissement après austénitisation du matériau à réception | 127 |
| 5.3 | Réalisation des traitements thermiques | 131 |
| 5.3.1 | Réalisation des refroidissements sur plaques et comparaison avec le diagramme TRC | 131 |
| 5.3.2 | Réalisation des revenus | 133 |
| 5.4 | Dureté des microstructures brutes de refroidissement | 134 |

1 Origine du matériau

Objectifs de la section

Nous rappelons dans cette partie l'origine du matériau d'étude et son processus d'élaboration. Nous définissons également le repère des directions de forgeage qui sera utilisé tout au long de l'étude.

Matériau concerné : Matériau dans l'état à réception

Le matériau de l'étude est un acier de type 18MND5 selon le code *RCC – M* (équivalent au A508 Cl.3 de la norme ASTM) dont la famille (16MND5, 18MND5 et 20MND5) est utilisée pour les composants lourds du circuit primaire principal des Réacteurs à Eau sous Pression (REP) comme la cuve, les générateurs de vapeur, le pressuriseur. . .

Nous disposons d'un coupon issu de la couronne de recette d'une virole basse de Générateur de Vapeur (GV) (figure 2.1). Cette couronne, située en pied de lingot, est prélevée au-dessus de la sur-longueur servant d'écran thermique pour la trempe. La virole d'origine a été forgée à partir d'un lingot creux (diamètre extérieur de 3500 mm et diamètre intérieur 1300 mm avant forgeage pour une épaisseur de 265 mm après forgeage). Ce type de lingot permet de réduire considérablement les hétérogénéités chimiques. L'usinage de l'ébauche amincit la pièce à 175 mm en tête et à 133 mm en pied.

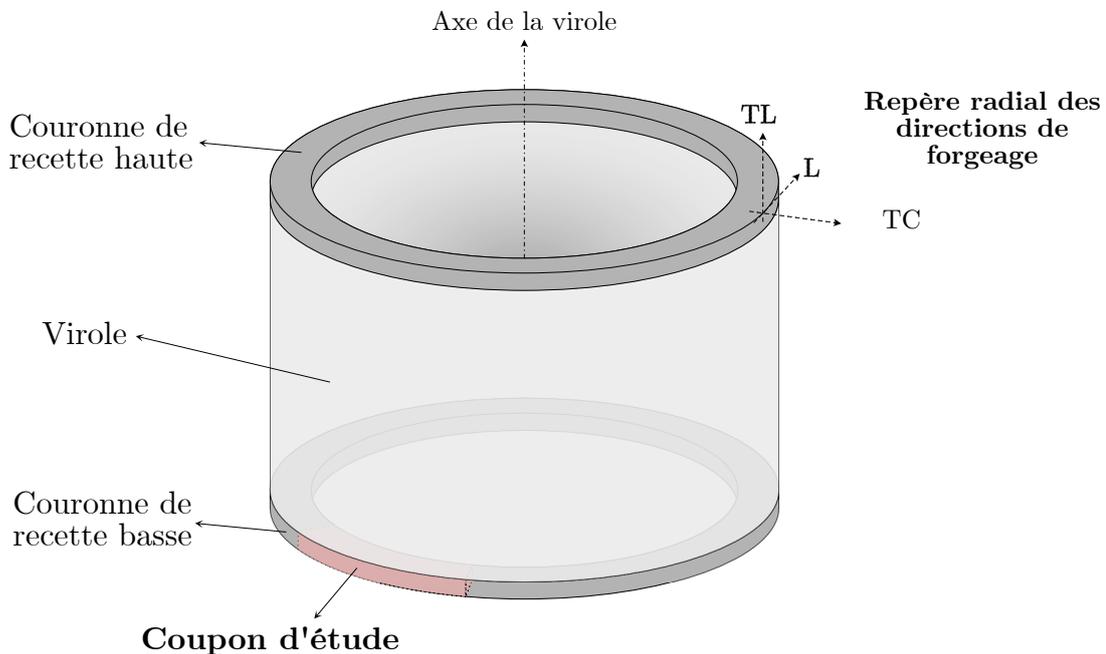


FIGURE 2.1 – Schéma de la position du coupon d'étude au sein de la virole. Le repère des directions de la dernière opération de forgeage est également indiqué.

Le processus de transformation du matériau dont nous disposons comprend notamment les étapes suivantes :

1. *Coulée* du lingot creux.

2. *Traitements thermomécaniques intermédiaires* qui permettent, entre autres, d'effacer la structure de solidification (grains et retassures), d'homogénéiser en partie la composition chimique et de mettre en forme le matériau.
3. La dernière opération de forgeage est un *bigornage* dont le schéma de la figure 2.1 donne les directions de forgeage associées.
 - Le *sens long*, noté L , correspond à la direction d'allongement maximum du matériau lors du forgeage et, dans notre cas, à la direction circonférentielle de la virole.
 - Le *sens travers-court*, noté TC , correspond à la direction de réduction de dimension et donc ici à la direction radiale suivant l'épaisseur de la virole.
 - Le *sens travers-long*, noté TL , correspond à la direction perpendiculaire au sens long et, dans notre cas, à la direction de l'axe de révolution de la virole. Les dimensions de la pièce changent peu suivant cette direction durant le bigornage.
4. *Traitement Thermique de Précaution (TTP)*. Ce traitement est appliqué principalement pour éliminer dans le matériau de l'hydrogène résiduel ($<0,8$ ppm). Le passage de l'étape précédente à cette étape se fait sans faire descendre le matériau à température ambiante afin d'éviter la formation de défauts (Défauts Dus à l'Hydrogène "DDH" ou "flocons").
5. *Traitement Thermique de Qualité (TTQ)* qui donne au matériau la microstructure et les propriétés mécaniques désirées.

La virole sera ensuite soudée pour former le composant et revêtue d'acier austénitique pour prévenir la corrosion en eau primaire. Le matériau subit ensuite un Traitement Thermique de Détensionnement Simulé (TTD) qui consiste en un maintien à 610°C durant une quinzaine d'heures environ. Il est connu que le TTD modifie les propriétés mécaniques de l'acier et ajoute un degré de complexité dans l'évolution microstructurale. Dans cette étude, nous nous limiterons au lien entre les paramètres du TTQ et les propriétés à rupture. L'effet du TTD ne sera donc pas étudié ici.

À la suite du TTQ , vingt-quatre plaques ont été prélevées sur le coupon d'étude. La figure 2.3 en présente le plan de prélèvement. Par ailleurs, nous parlerons de "*peau intérieure*" pour désigner la surface intérieure de la virole et de "*peau extérieure*" pour désigner la surface extérieure. De manière générale, lors du tracé d'une grandeur en fonction de la position dans l'épaisseur, la référence choisie est la peau intérieure. Le quart-épaisseur est donc la position à équidistance de la peau intérieure et de la mi-épaisseur et le trois-quarts épaisseur désigne la position équidistante de la mi-épaisseur et de la peau extérieure.



FIGURE 2.2 – Photo du coupon d'étude. Communication Framatome

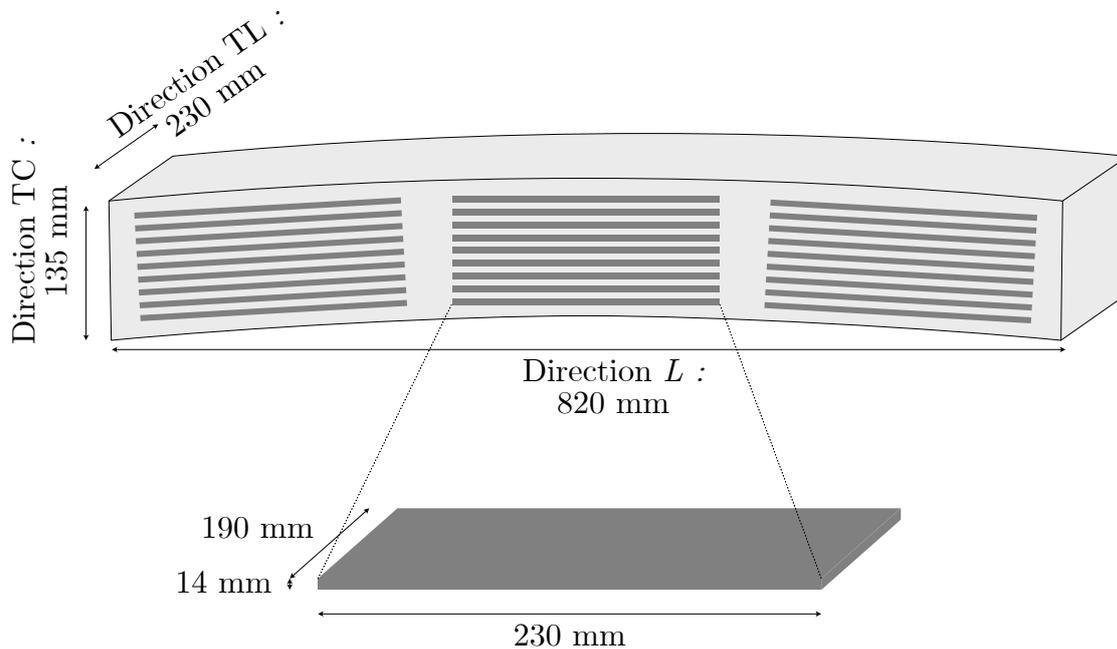


FIGURE 2.3 – Schéma du plan de prélèvement des plaques d'étude sur le coupon.

Afin de simuler le parcours thermique réel dans l'épaisseur d'un gros forgé, ces plaques vont subir un nouveau *TTQ* dont la vitesse de refroidissement sera celle obtenue en différents points de l'épaisseur d'un composant virtuel. La caractérisation du matériau à l'état de réception nous permet de définir le point de départ de cette étude et principalement l'homogénéité du matériau. Celle-ci portant sur les hétérogénéités microstructurales causée par le gradient de refroidissement, il faut s'assurer que le matériau présente des niveaux d'hétérogénéités négligeables en dehors de celles-ci.

Conclusions de la section

Le matériau d'étude est un acier de type 18–20MND5 issu d'une virole basse de générateur de vapeur. La dernière étape du processus industriel subi par le matériau est le *TTQ*. Il nous faut tout d'abord caractériser cet état dit "à réception" afin de connaître les propriétés de référence et de s'assurer de l'homogénéité de la matière d'étude. Vingt-quatre plaques seront ensuite usinées à partir de la matière disponible. Ces plaques subiront un nouveau *TTQ* tel qu'il est en différentes positions dans l'épaisseur des pièces réelles. Nous définirons les paramètres de ces traitements pour chaque plaque et ces dernières seront ensuite caractérisées (dans les chapitres suivants) afin de pouvoir relier propriétés à rupture et variations des paramètres du *TTQ*.

2 Caractérisation métallurgique du matériau à réception

Objectifs de la section

Afin de pouvoir étudier le matériau traité thermiquement, nous devons caractériser le matériau à l'état de réception. Il s'agit d'en déterminer la chimie, la dureté et la microstructure. Nous devons également évaluer l'homogénéité du matériau afin de nous assurer que l'étude des traitements thermiques est bien faite à partir des mêmes caractéristiques de départ pour tous les traitements.

Matériau concerné : Matériau dans l'état à réception

2.1 Composition chimique et dureté du matériau

Pour correctement déterminer la composition chimique des aciers de cuve, il est important de bien différencier les différentes échelles de variations possibles de la composition au sein du matériau. Dans notre cas d'étude, nous étudierons la composition chimique à l'échelle macroscopique et à l'échelle de la microstructure métallurgique c'est-à-dire la centaine de micromètres. La mesure de la dureté sera également utilisée car elle permet de facilement appréhender les variations de propriétés (microstructurales et mécaniques) du matériau.

2.1.1 Variations à l'échelle macroscopique

Une série de cinq analyses chimiques a été réalisée afin de déterminer la composition chimique à l'échelle macroscopique (1 cm^3) et pour évaluer ses variations suivant la position dans l'épaisseur de la virole (le long de la direction *TC* de forgeage). Les mesures ont été faites par spectrométrie d'émission optique (SEO) à l'exception du dosage du soufre et du carbone où la technique de combustion à détection infrarouge (CIR) a été utilisée.

Le tableau 2.1 donne la composition moyenne obtenue et les spécifications du code *RCC-M* (2017, tableau 1). Toutes les teneurs répondent aux spécifications à l'exception de la teneur en nickel qui est très légèrement supérieure à la teneur maximale requise. Les teneurs en soufre et phosphore sont très faibles, ce qui augure, en ce qui concerne le soufre, d'une faible quantité d'inclusions ou de taille réduite et, en ce qui concerne le phosphore, une bonne résistance au vieillissement en service.

Les variations de la composition suivant l'épaisseur de la virole sont représentées sur la figure 2.4. La composition du matériau est très homogène et les plaques pourront donc être prélevées en tout point de l'épaisseur sans que les compositions soient significativement différentes.

| Élément | Spécification | Teneur (% massique) |
|---------|---------------|---------------------|
| C | <0.220 | 0,200 |
| Mn | 1.15–1.60 | 1,44 |
| Ni | 0.50–0.85 | 0,89 |
| Mo | 0.43–0.57 | 0,47 |
| Si | 0.10–0.30 | 0,18 |
| Cr | <0.25 | 0,147 |
| P | <0.02 | 0,005 |
| S | <0.012 | 0,0012 |
| Al | <0.04 | < 0,01 |
| Cu | <0.2 | 0,072 |

TABLE 2.1 – Composition chimique de l'acier étudié et spécifications de la composition chimique du code *RCC-M* (2017, tableau, M 2112 16MND5, viroles non soumises à l'irradiation, spécifications sur pièces).

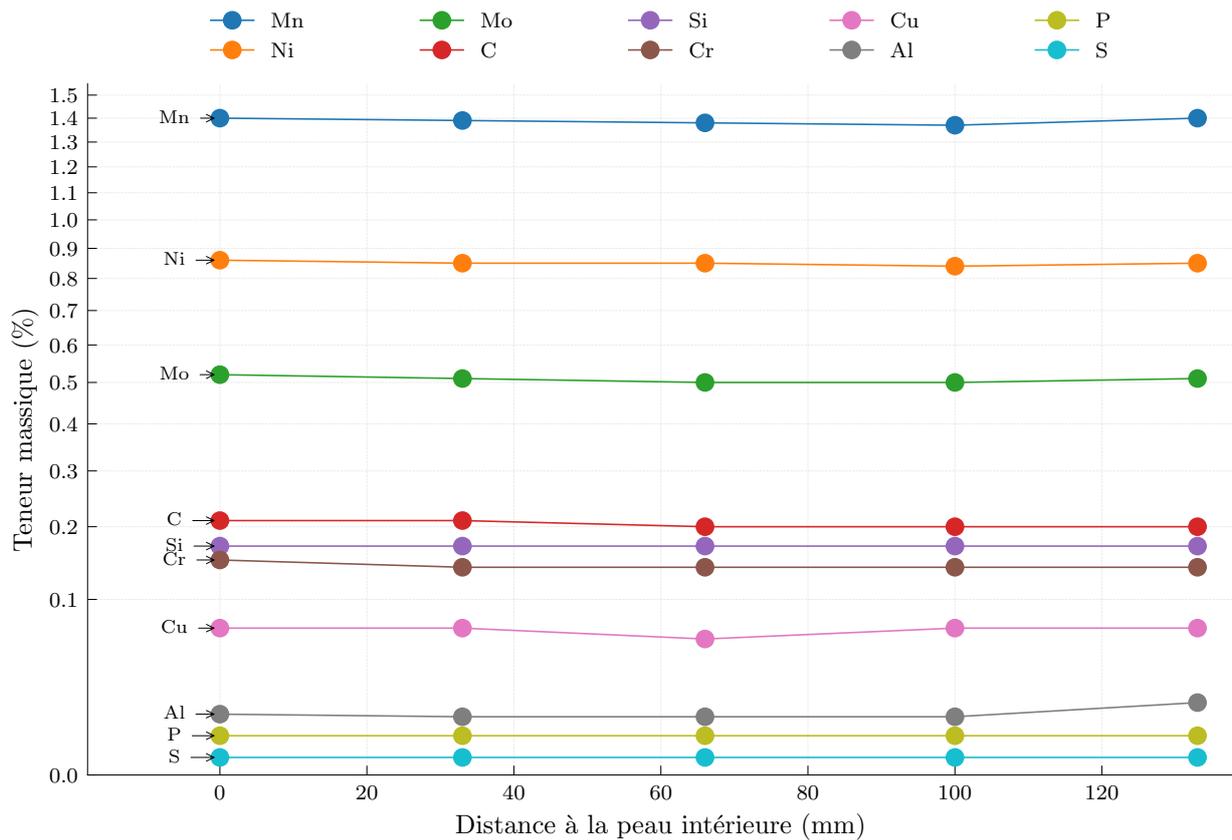


FIGURE 2.4 – Variations de la composition chimique suivant la direction *TC* (le long de l'épaisseur) de la virole. L'échelle des ordonnées a subi une transformation $x \rightarrow \sqrt{x}$ afin que tous les éléments soient bien lisibles sur le graphique.

La dureté a été également évaluée à l'échelle macroscopique, le tableau 2.2 en donne les statistiques descriptives. Les valeurs obtenues sont typiques d'une structure bainitique revenue.

| Moyenne (HV0.2) | Médiane (HV0.2) | Écart-type (HV0.2) | Nombre de valeurs |
|-----------------|-----------------|--------------------|-------------------|
| 224 | 222 | 17 | 2168 |

TABLE 2.2 – Statistiques descriptives de la dureté du matériau à réception.

Cependant, contrairement à la composition chimique, la dureté varie de manière significative à l'échelle macroscopique. La figure 2.5 donne les variations de la distribution de dureté (pour des intervalles de 12 mm environ) en fonction de la position dans l'épaisseur de la virole : la mi-épaisseur est moins dure que la peau, alors que la chimie du matériau est homogène. Il s'agit donc d'un effet de trempe. Le gradient de vitesse de refroidissement qui se forme suivant l'épaisseur lors de la trempe est à l'origine de ce profil de dureté. La peau est refroidie plus rapidement que la mi-épaisseur et est donc plus dure. L'asymétrie des distributions de dureté semble également augmenter au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la peau. Ces distributions présentent une forte densité de points à dureté faible tout en conservant une certaine proportion de points à dureté élevée, contrairement aux distributions en peaux qui sont beaucoup plus symétriques sans présenter de fraction significative de valeurs faibles.

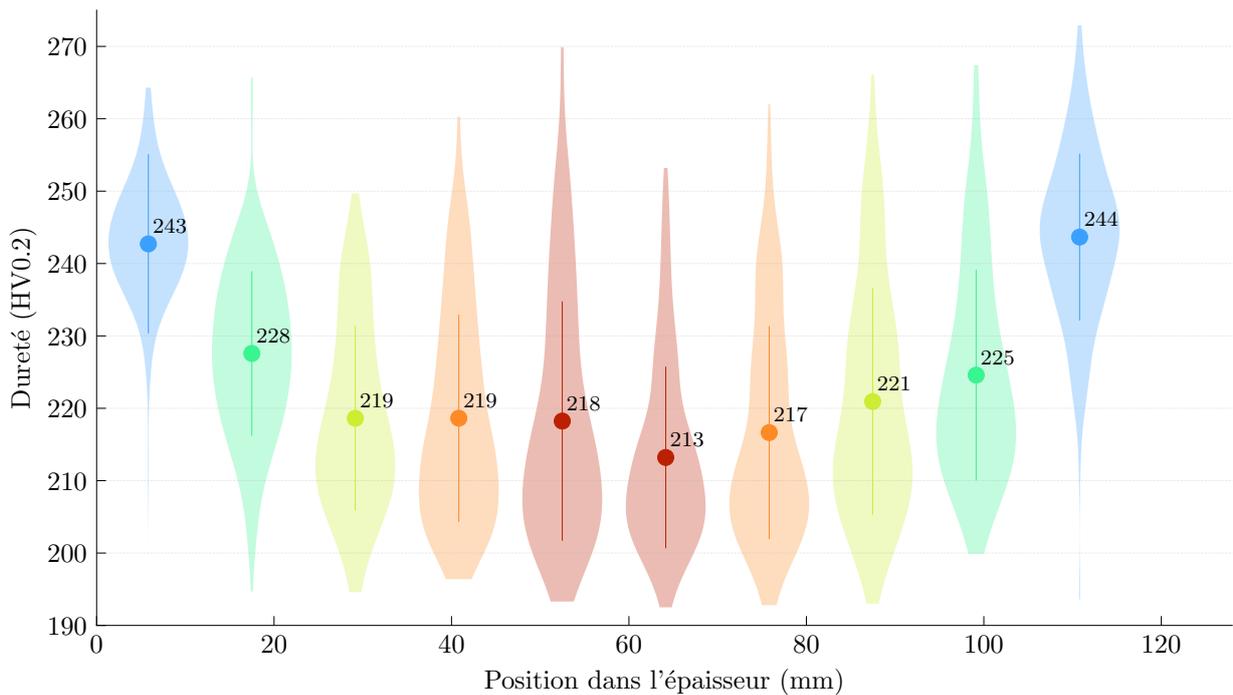


FIGURE 2.5 – Évolution de la distribution de dureté en fonction de la position dans l'épaisseur de la virole (distance à la peau intérieure). Le code couleur représente les vitesses de refroidissement (de manière schématisée) : les peaux en bleu sont refroidies rapidement contrairement à la mi-épaisseur en rouge. Chaque forme est une représentation de la distribution avec l'estimation de la densité par noyau. Les points représentent la valeur moyenne de chaque distribution et les barres verticales représentent l'écart-type de part et d'autre de la moyenne. Les coupures des distributions correspondent aux valeurs minimales et maximales de la distribution.

2.1.2 Variations de la composition à l'échelle microstructurale

L'attaque Nital révèle des bandes allongées de couleur sombre qui indiquent la présence de ségrégations chimiques (à la mi-épaisseur sur la figure 2.6 et près de la peau extérieure sur la figure 2.7). La distance caractéristique entre zones ségréguées dans la direction TC est de l'ordre de $200\ \mu\text{m}$. Ces figures montrent par ailleurs la bonne capacité des cartographies de dureté à révéler les ségrégations chimiques. Les cartographies expliquent également l'asymétrie des distributions observées sur la figure 2.5. Les zones dures sont beaucoup plus marquées à cœur, d'où un étalement des distributions vers les hautes duretés. Les zones dures sont peu marquées en peaux donc la distribution est symétrique. Au vu de la figure 2.5, les ségrégations apparaissent très vite dès que l'on s'éloigne des peaux. Les plaques qui sont prélevées dans le coupon suivant le schéma de la figure 2.3 présentent donc à peu près le même état initial du point de vue des hétérogénéités. Nous noterons que les valeurs de dureté obtenues sont similaires à celle trouvées dans la littérature (BARCELO et al., 2018; C. W. LI et al., 2016; C. LI et al., 2016).

Les variations de composition chimique locale ont été estimées par microsonde de Castaing et nous en donnons les résultats sur la figure 2.8. Les variations de teneur en éléments de substitution (notamment Mn, Ni et Mo) varient dans le même sens. Il semble que la teneur en nickel ait été systématiquement sous-estimée par rapport à la teneur en nickel mesurée par les analyses chimiques. D'après ces résultats la teneur en nickel serait conforme aux spécifications données dans le tableau 2.1.

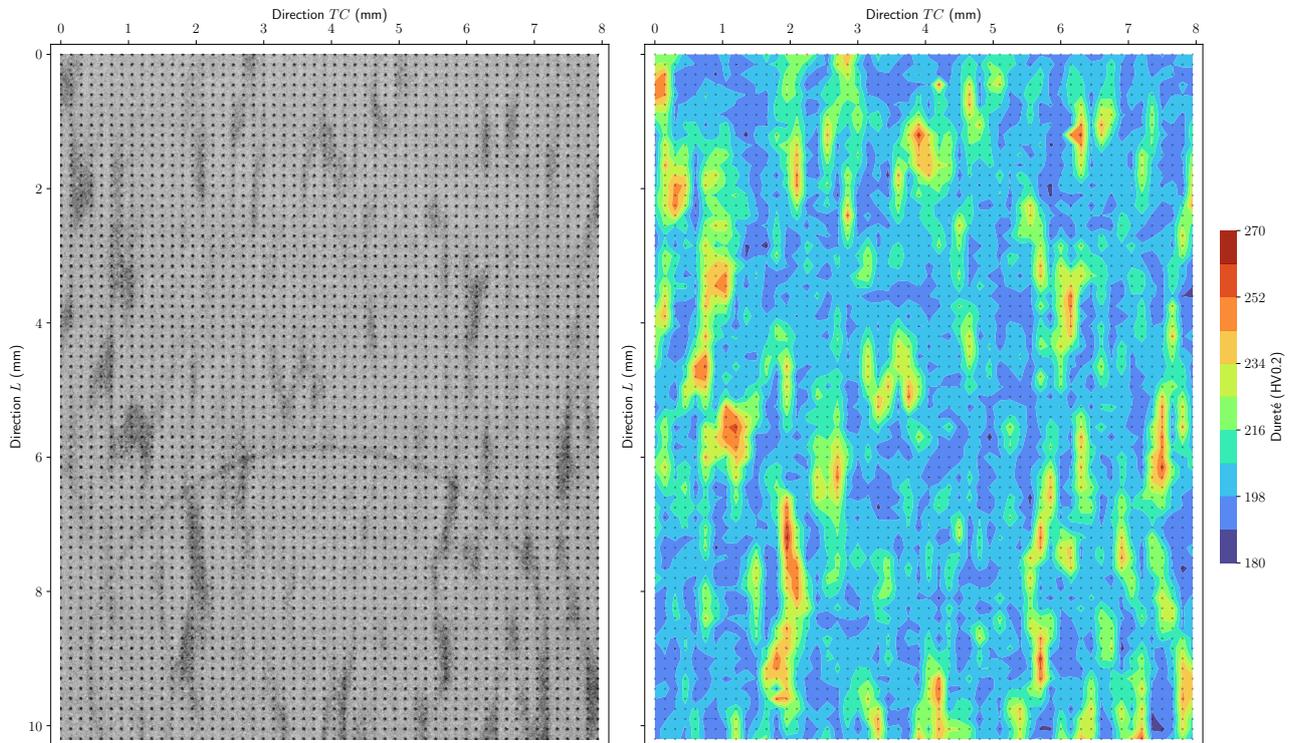


FIGURE 2.6 – Micrographie optique du matériau attaqué au Nital et cartographie de dureté associée à la mi-épaisseur de la virole.

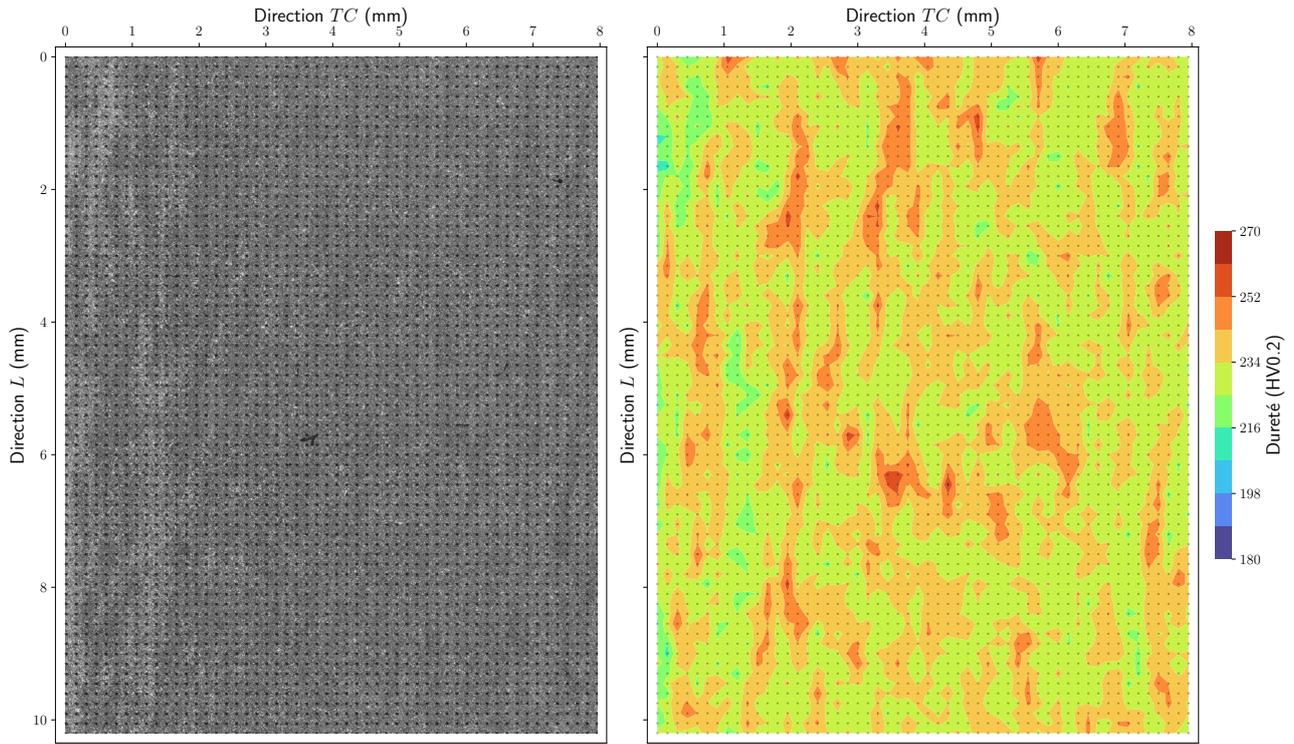


FIGURE 2.7 – Micrographie optique du matériau attaqué au Nital et cartographie de dureté associée pour la peau extérieure de la virole.

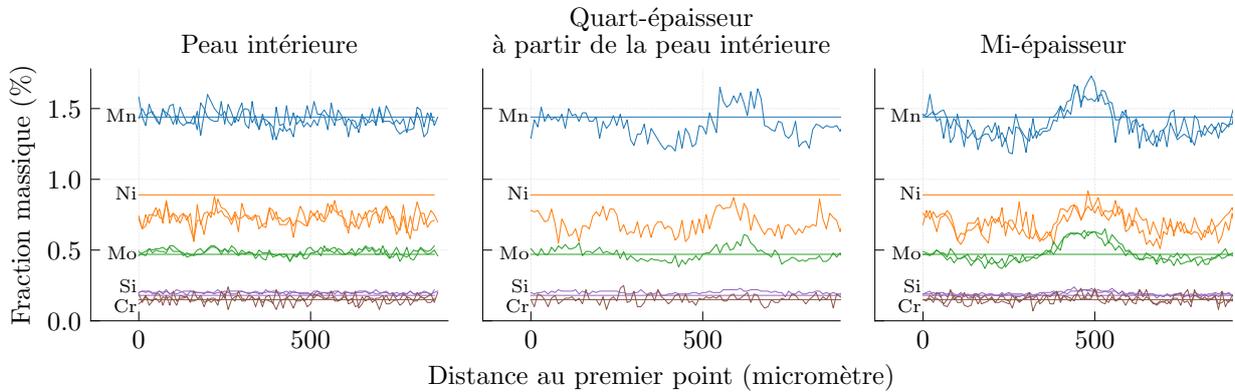


FIGURE 2.8 – Variations locales de la teneur massique des principaux éléments d'alliage en différents points de l'épaisseur de la virole. La longueur du profil a été choisie de manière à rencontrer au moins une ségrégation.

L'étude de la figure 2.8 nous donne les variations typiques de la composition chimique et nous définissons ici des compositions "types". Étant donné qu'il est difficile d'évaluer la teneur en carbone avec cette technique, celle-ci est fixée à 0,2 %.

- La composition nominale, Cmp_0 qui est la composition donnée par le tableau 2.1.
- La composition dans les zones ségréguées positivement, Cmp_{S+}
- La composition dans les zones ségréguées négativement Cmp_{S-}

| Élément | C_{mp_0} | $C_{mp_{S+}}$ | $C_{mp_{S-}}$ |
|---------|------------|---------------|---------------|
| C | 0,2 | 0,2 | 0,2 |
| Mn | 1,44 | 1,55 | 1,30 |
| Ni | 0,89 | 1,06 | 0,73 |
| Mo | 0,47 | 0,55 | 0,43 |
| Si | 0,18 | 0,18 | 0,18 |
| Cr | 0,15 | 0,15 | 0,15 |
| P | 0,005 | 0,005 | 0,005 |
| S | 0,0012 | 0,0012 | 0,0012 |
| Al | <0,01 | <0,01 | <0,01 |
| Cu | 0,072 | 0,072 | 0,072 |

TABLE 2.3 – Compositions chimiques types du matériau

2.2 Caractérisation microstructurale

Au vu des variations de dureté et de coloration à l'attaque Nital, la microstructure du matériau a été étudiée pour différentes positions dans l'épaisseur, dans les zones ségréguées positivement et négativement. Nous rappelons que la mi-épaisseur du matériau présente des ségrégations marquées en dureté contrairement aux peaux.

La figure 2.9 présente la microstructure à la mi-épaisseur de la virole qui évolue d'une zone non ségréguée à gauche à une zone ségréguée à droite. La microstructure de zone ségréguée se retrouve par ailleurs au niveau des peaux (voir figure 2.10). Mais comme le laissaient penser les cartographies de dureté, les zones ségréguées ne sont pas décelables du point de vue de la microstructure en peaux. La figure 2.11 présente la microstructure à mi-épaisseur en zone non ségréguée plus en détail.

Il existe donc deux archétypes microstructuraux dans le matériau. Au cœur du matériau dans les zones non ségréguées, la microstructure est plus grossière et les carbures sont de tailles plus importantes et plus localisés en amas. Les paquets bainitiques sont très visibles. Morphologiquement, la microstructure est proche d'une bainite supérieure ou granulaire. Près de la peau du matériau ou en zone ségréguée, les carbures sont beaucoup plus fins et répartis de manière plus homogène. Cette microstructure rappelle plutôt la bainite inférieure. Dans les deux cas, la microstructure est bainitique. L'épaisseur de la virole d'étude étant de 135 mm, les vitesses de refroidissement obtenues ne permettent pas d'obtenir de ferrite proeutectoïde comme le montre la simulation simple faite par DEPINOY (2015).

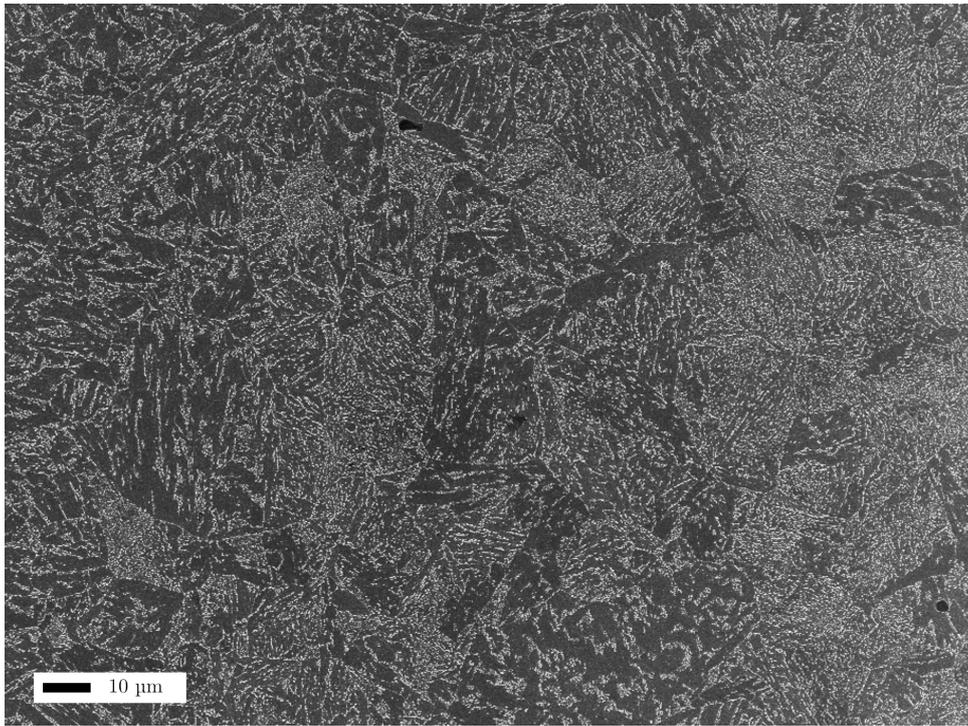


FIGURE 2.9 – Microstructure à la mi-épaisseur de la virole. La transition d’une zone non ségréguée à une zone ségréguée est clairement visible de gauche à droite.

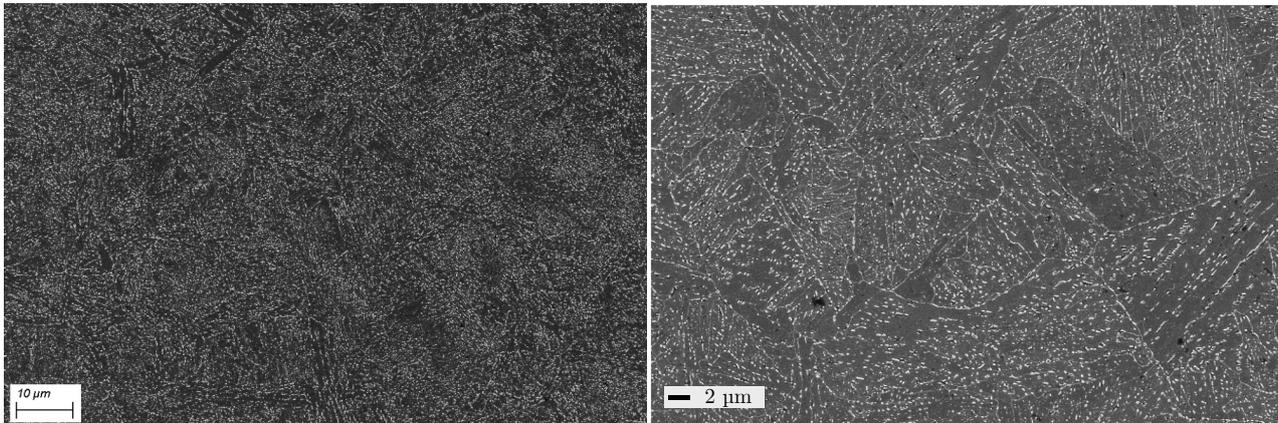


FIGURE 2.10 – Microstructure en peau de la virole à deux grossissements différents.

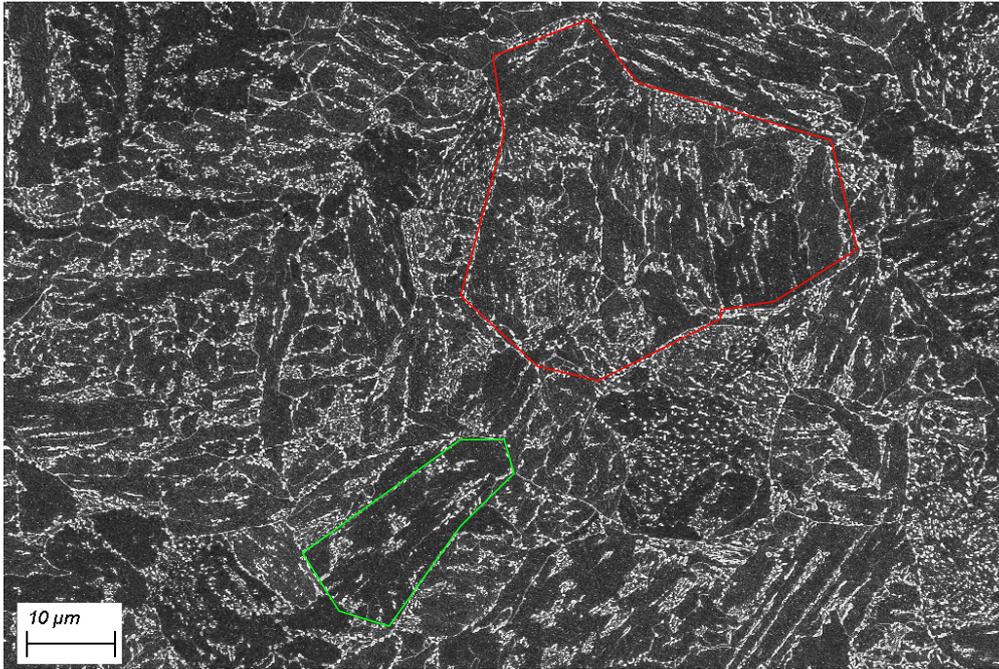


FIGURE 2.11 – Microstructure au cœur de la virole en zone non ségrégée. Un ancien grain austénitique est entouré (approximativement) en rouge et un paquet bainitique (morphologique) en vert.

Conclusions de la section

À l'échelle macroscopique, la composition chimique du matériau est homogène et conforme aux spécifications d'un acier de type 16-20MND5. L'homogénéité ne se retrouve pas au niveau des mesures de la dureté qui présentent un profil dans l'épaisseur, maximum en peaux et minimum à la mi-épaisseur, typique du refroidissement d'une pièce épaisse. La forme de la distribution de la dureté change également suivant la position dans l'épaisseur, devenant asymétrique à mesure que l'on s'approche de la mi-épaisseur. Cela est dû à un certain niveau d'hétérogénéités à l'échelle mésoscopique. En effet, des ségrégations chimiques (de taille caractéristique 200 µm suivant la direction *TC*) sont présentes dès que l'on s'éloigne des peaux et se traduisent par des variations significatives de dureté et de microstructures. Néanmoins, la zone dépourvue de ségrégations restant petite, les plaques prélevées dans le coupon devraient présenter, avant traitement thermique, la même chimie, les mêmes microstructures bainitiques (inférieure, supérieure et granulaire du point de vue de la morphologie) et environ le même niveau d'hétérogénéités.

3 Analyse de la population d'inclusions du matériau à réception

Matériau concerné : Matériau dans l'état à réception

Objectifs de la section

Nous avons pu voir au chapitre 1 que les inclusions peuvent jouer un rôle important dans la rupture fragile. Certaines d'entre elles, MnS , TiN et AlO_3 , peuvent servir de site d'amorçage. Les modèles d'Approche Locale relient notamment leur taille avec la contrainte critique de clivage. Par ailleurs, la densité surfacique d'inclusions est également importante : il faut en effet qu'une inclusion de taille suffisante se trouve dans la zone de forte contrainte pour amorcer la rupture : les essais de rupture dans le domaine fragile peuvent se voir comme l'échantillonnage d'un volume et d'une certaine gamme de tailles critiques (augmentation de la contrainte locale, donc diminution de la taille critique, et de la taille zone plastique ou propagation de la déchirure ductile dans la transition et donc déplacement de la "process zone") jusqu'à trouver un initiateur. Afin de déterminer la densité surfacique d'inclusions ainsi que leur distribution de taille, une analyse inclusionnaire a été menée.

Les inclusions non métalliques se forment principalement lors de la solidification du lingot (oxydes) et en toute fin de solidification ou à l'état solide à haute température (sulfures et carbo-nitrures). Notre étude se plaçant dans un domaine de température (pour le traitement thermique) compris entre 880 °C et 610 °C, nous pouvons considérer que les inclusions n'évoluent pas au cours des traitements thermiques de l'étude et nous pouvons donc nous restreindre à les étudier uniquement sur le matériau à réception.

La méthodologie d'analyse est la suivante : une zone, hors des zones de peaux, dans le plan $L-TC$, (images non jointives avec un grandissement de $\times 977$) de $1,17 \text{ mm} \times 3,79 \text{ mm} = 4,43 \text{ mm}^2$ a été scannée à l'aide d'un MEB FEG (FEI Nova NanoSEM 450). Pour chaque zone, des images en rétrodiffusés ont été prises. Ces images ont été ensuite traitées et binarisées. À chaque particule ainsi identifiée, un pointé EDX a été réalisé. La taille d'un pixel correspond à 65 nm pour des images de 1996×1497 pixels. Le tableau 2.4 récapitule les principales caractéristiques et résultats de cette analyse.

| Nombre d'observations | Surface d'étude (mm^2) | Nombre d'inclusions observées | Densité surfacique (mm^{-2}) | Taille moyenne (μm) | Écart-type (μm) |
|-----------------------|-----------------------------------|-------------------------------|---|----------------------------------|------------------------------|
| 39×12 images | 4.43 | 594 | 134 | 0.68 | 0.37 |

TABLE 2.4 – Caractéristiques et résultats principaux de l'analyse inclusionnaire

La densité surfacique (n_i) nous donne une approximation de la distance inter-inclusions (d_i) de :

$$d_i = \frac{2}{\sqrt{\pi n_i}} = 97 \mu m$$

La figure donne la distribution de taille (en diamètre équivalent) des inclusions détectées. Nous noterons notamment que la plupart (90 %) des inclusions ont une taille inférieure à 1 μm .

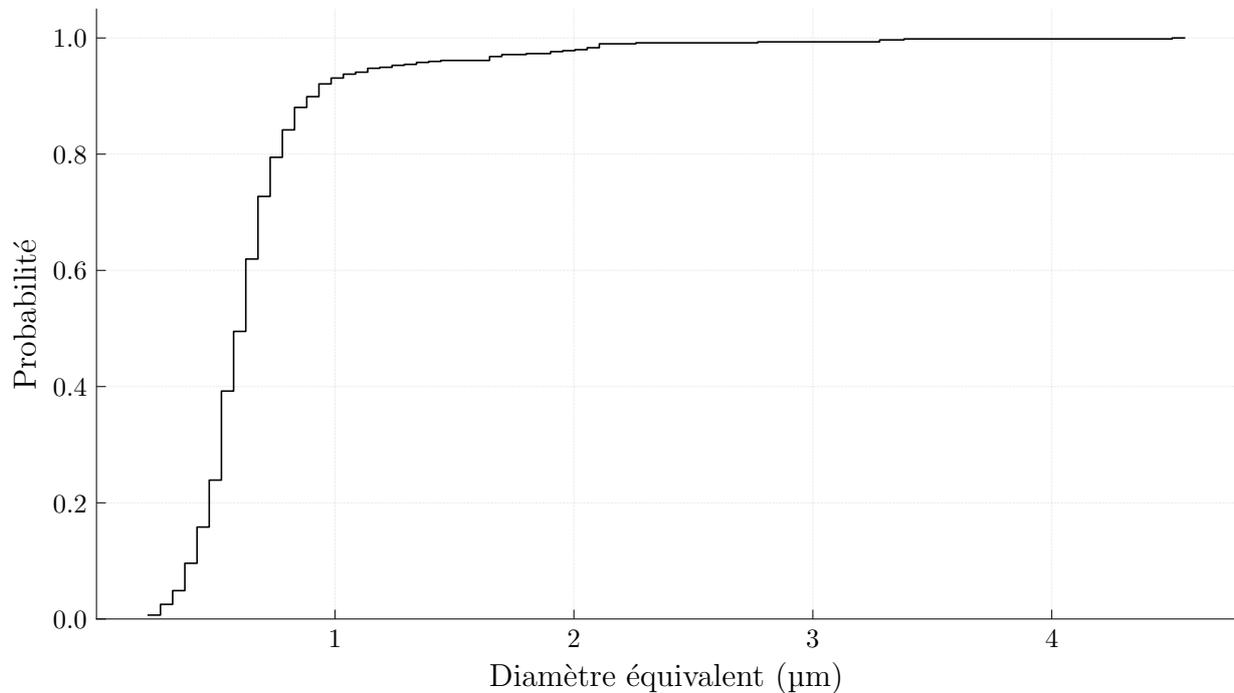


FIGURE 2.12 – Fonction de répartition expérimentale de la taille des inclusions.

Stéphane RENEVEY (1998) a mené une analyse inclusionnaire approfondie d'un matériau similaire. Nous observons les différences suivantes :

- La densité surfacique d'inclusions est très élevée par rapport à celle observée par Renevey (130 inclusions/ mm^2 contre une vingtaine).
- La taille moyenne des inclusions est très inférieure à celles observées par Renevey dont la taille moyenne se situe autour de 10 μm .

Ces différences sont dues, entre autres, à la différence de teneur en soufre, 0,008 % contre 0,0012 % (en masse) pour le matériau d'étude.

Nous disposons des données des spectres EDX et notamment de la hauteur des pics pour les éléments chimiques d'intérêt comme l'aluminium, le manganèse et le titane. Une classification, basée sur un partitionnement en k-moyennes, est proposée ici. Il est en effet délicat de proposer une liste de critères complète prenant en compte les inclusions simples et les amas d'inclusions (distinctes et mixtes) (où tracer la limite?). La figure suivante 2.13 donne la teneur moyenne des éléments chimiques d'intérêt pour les différentes classes obtenues.

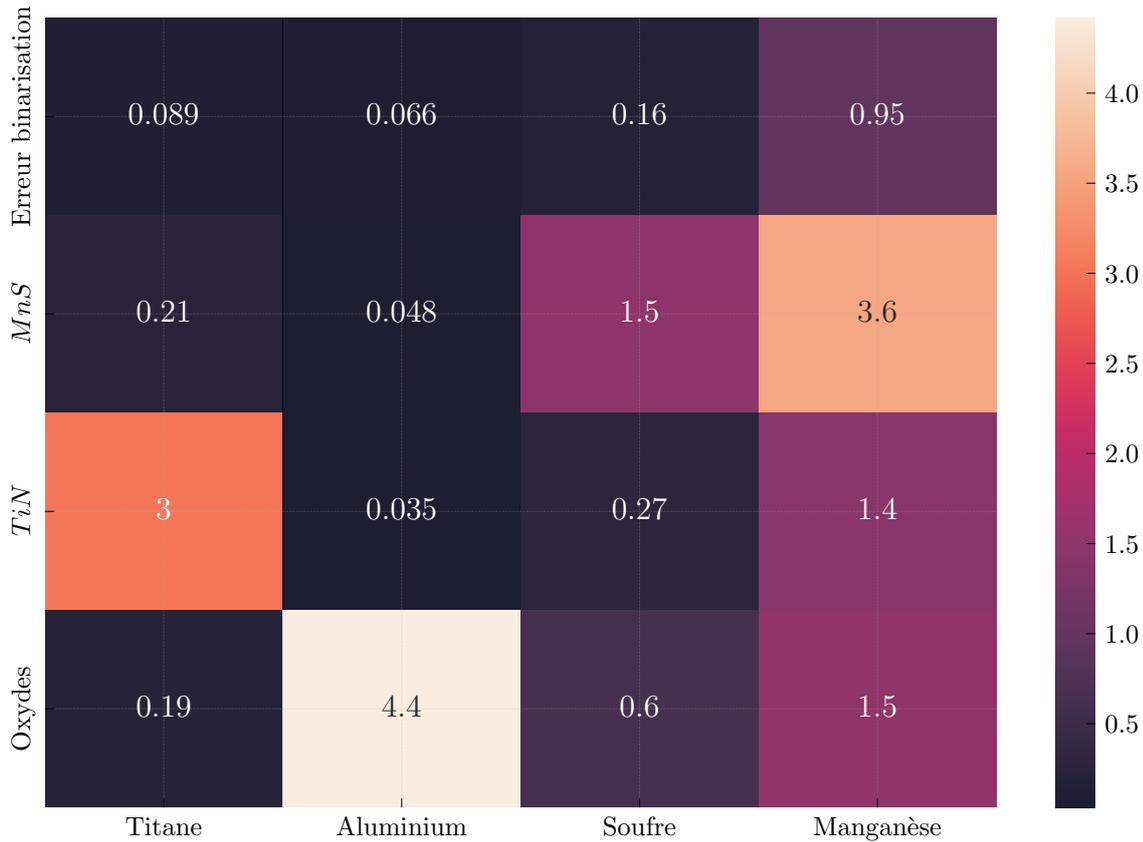


FIGURE 2.13 – Teneur moyenne en manganèse, aluminium, titane, soufre pour chaque classe. Pourcentage massique.

Nous pouvons alors attribuer à chaque classe l'inclusion correspondante en se basant sur la composition moyenne de chacune d'entre elles. Le tableau 2.5 donne les caractéristiques de chaque classe.

- La majorité des particules sont très certainement des erreurs de binarisation liée aux variations de contraste cristallin de certains grains. En effet, leur composition type pour les éléments d'intérêt correspond à la moyenne du matériau. La très petite taille de ces particules (voir figure 2.14) est un autre indice qui va dans ce sens.
- Les inclusions de MnS sont ensuite les plus nombreuses.
- Les inclusions de TiN sont un peu moins nombreuses. Elles présentent une distribution de taille très similaire à celle des MnS (voir figure 2.14). Ces inclusions présentent des tailles faibles, comprises entre 300 nm et 1 μ m.
- Enfin, nous avons pu identifier quelques oxydes. L'étude de la répartition des teneurs en magnésium, calcium et manganèse montre que ces teneurs sont très fortement corrélées. Ainsi la teneur en aluminium reflète la teneur en éléments de calmage et donc est liée aux oxydes. Ces inclusions sont beaucoup plus grosses que les deux autres types comme on le voit sur la figure 2.14. Nous remarquons que la teneur en soufre semble plus élevée que pour les erreurs de binarisation et les TiN , ce qui semble indiquer que ces particules sont très certainement combinées avec des MnS .

| Classe | Nombre d'inclusions observées | Densité surfacique (mm^{-2}) | Taille moyenne (μm) | Écart-type (μm) |
|------------|-------------------------------|---|----------------------------------|------------------------------|
| Erreur | 2298 | 519 | 0.32 | 0.23 |
| <i>MnS</i> | 449 | 101 | 0.67 | 0.20 |
| <i>TiN</i> | 123 | 28 | 0.55 | 0.22 |
| Oxydes | 22 | 5 | 2.12 | 0.93 |

TABLE 2.5 – Caractéristique et résultats principaux de l'analyse inclusionnaire.

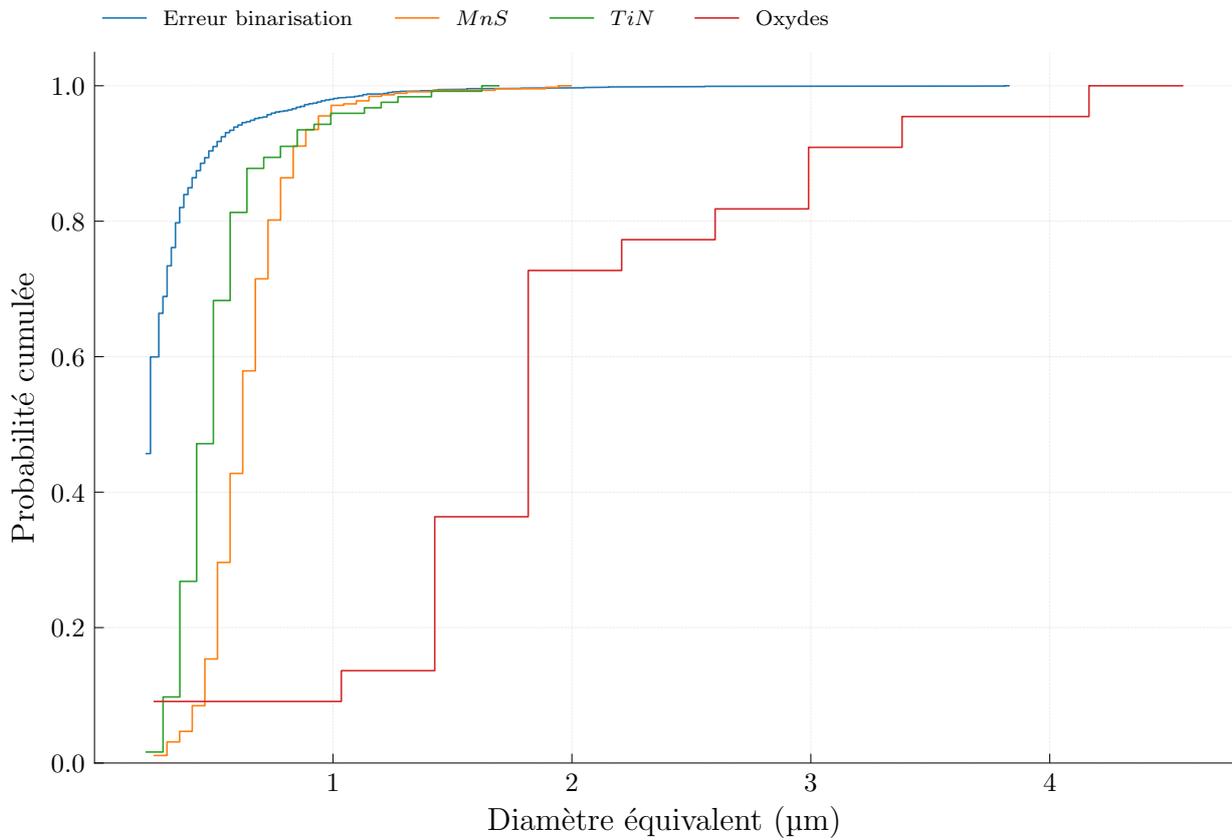


FIGURE 2.14 – Fonctions de répartition expérimentale de la distribution du diamètre équivalent des particules détectées par classe.

La figure 2.15 représente les inclusions détectées sur la surface d'étude. Les inclusions de *TiN* présentent des alignements qui ne sont pas sans rappeler les ségrégations observées sur les cartographies de dureté à la figure 2.5. Les *MnS* semblent, quant à eux, être répartis de manière plus homogène.

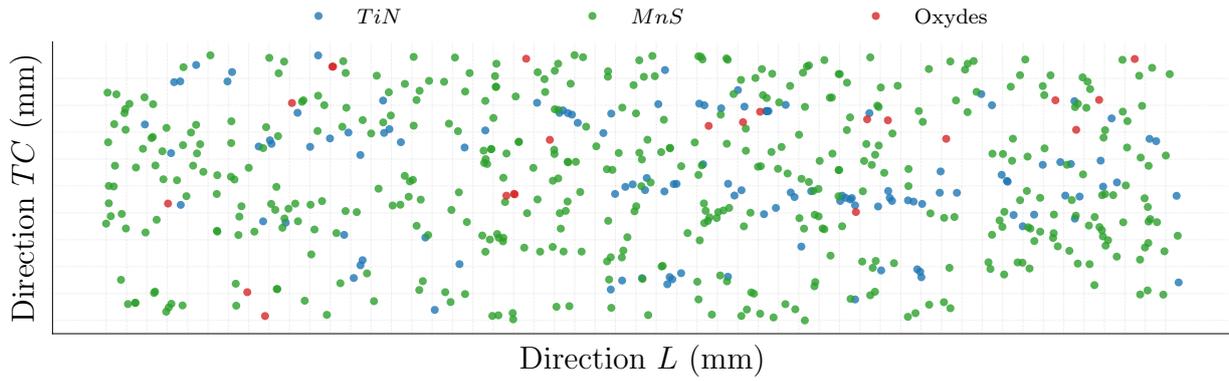


FIGURE 2.15 – Répartition des inclusions sur la surface étudiée. La grille représente la dimension des images prises. La cartographie fait 3,79 mm de long et 1,17 mm de haut.

Conclusions de la section

L'analyse inclusionnaire sur le matériau à réception a permis de quantifier la densité surfacique des inclusions ainsi que leurs distributions de taille. Le matériau présente une faible densité d'oxydes d'une taille moyenne d'environ $2\ \mu\text{m}$. Les inclusions de *MnS* et de *TiN* sont beaucoup plus présentes et ont des tailles similaires sub-microniques. L'étude de la répartition spatiale montre que les *TiN* s'organisent en amas allongés dans la direction *L* tandis que les *MnS* sont répartis de manière plus isotrope.

4 Caractérisation des propriétés mécaniques et à rupture du matériau à réception

Objectifs de la section

Nous avons pu voir que le matériau présentait des niveaux d'hétérogénéités acceptables pour notre étude. Nous allons à présent déterminer les propriétés mécaniques, en traction et en résilience, de ce même matériau. Cela nous permettra notamment de replacer ce matériau par rapport aux spécifications usuelles et à la littérature et ainsi appuyer les résultats obtenus à la fois d'un point de vue industriel mais aussi en regard des études faites par le passé. Ces valeurs serviront également de point de comparaison pour les propriétés des plaques après traitement thermique.

Matériau concerné : Matériau dans l'état à réception

4.1 Détermination des propriétés en traction du matériau à réception

Seize éprouvettes de traction axisymétriques de diamètre 3 mm en zone utile ont été prélevées suivant la direction TL au trois-quarts épaisseur à partir de la peau intérieure. Le plan des éprouvettes et la méthode expérimentale commune à tous les essais de traction sont décrits en annexe 4. Ces éprouvettes ont été testées à des températures allant de -120°C à 300°C à raison de deux essais par température afin de déterminer la dépendance en température des propriétés en traction. Le tableau 2.6 récapitule les résultats d'essais obtenus. Les valeurs sont cohérentes avec celles que l'on peut trouver dans la littérature, comme dans l'étude de KIM, LEE et al. (2003) et KIM, HWANG et al. (2003), la thèse de Stéphane RENEVEY (1998) ou l'étude de SUZUKI et al. (2001).

| T ($^{\circ}\text{C}$) | Re_H (MPa) | $Rp_{0.2}$ (MPa) | Re_L (MPa) | Rm (MPa) | A_h | A_r | Z |
|--------------------------|--------------|------------------|--------------|------------|-------|-------|------|
| -120 | 665 | 655 | 648 | 800 | 0,13 | 0,27 | 0,70 |
| -90 | 593 | 570 | 567 | 726 | 0,11 | 0,22 | 0,73 |
| -60 | 552 | 537 | 536 | 695 | 0,10 | 0,24 | 0,75 |
| -30 | 547 | 530 | 526 | 682 | 0,10 | 0,22 | 0,74 |
| 0 | 507 | 503 | 501 | 646 | 0,10 | 0,25 | 0,77 |
| 20 | 500 | 497 | 494 | 633 | 0,09 | 0,22 | 0,76 |
| 100 | N/A | 468 | N/A | 587 | 0,07 | 0,19 | 0,77 |
| 300 | N/A | 399 | N/A | 602 | 0,06 | 0,21 | 0,76 |

TABLE 2.6 – Propriétés en traction uniaxiale du matériau à réception à différentes températures. Il n'y a pas de palier de Lüders à 100°C et 300°C .

Bien que les directions d'essai soient différentes, nous rappelons que le code $RCC - M$ spécifie que, dans la direction de forgeage L et à température ambiante, la limite d'élasticité

soit supérieure à 400 MPa, la résistance mécanique soit comprise entre 550 MPa et 670 MPa et que l’allongement à rupture soit supérieur à 20 % (2017, tableau 2).

La figure 2.16 et la figure 2.17 donnent les variations des propriétés mécaniques en fonction de la température. La limite d’élasticité et la résistance mécanique peuvent être ajustées en fonction de la température suivant la relation 4.1. Cette relation est couramment utilisée pour, entre autres, définir une dépendance en température de la résistance dans les simulations par éléments finis, pour déterminer les valeurs de limite d’élasticité à n’importe quelle température pour les essais de ténacité (REN et al., 2020; E28 COMMITTEE, 2023; MOATTARI et al., 2016; WALLIN, 2002).

$$R(T)[MPa] = a[MPa] + b[MPa] \exp\left(-\frac{T[^\circ C]}{c[^\circ C]}\right) \quad (2.1)$$

En ajustant cette relation avec les résultats expérimentaux, nous trouvons :

$$\begin{aligned} R_{p0.2}(T) &= 453 + 45 \exp\left(-\frac{T}{83}\right) \text{ MPa} \\ R_m(T) &= 584 + 61 \exp\left(-\frac{T}{95}\right) \text{ MPa} \end{aligned} \quad (2.2)$$

Nous avons ajusté ici la valeur de $R_{p0.2}$ pour la limite d’élasticité. L’étude des courbes expérimentales montre que les valeurs de $R_{p0.2}$ sont toujours très proches des valeurs de Re_L . Plus de détails sont donnés en annexe 4. Ces résultats sont cohérents (en ordre de grandeur) avec ceux trouvés dans des études pour des matériaux similaires (S. RENEVEY et al., 1996; YANKOVA et al., 2022; AMZIL, 2021; REN et al., 2020). Il faut toutefois noter que l’ajout d’essais à plus basse température aura tendance à augmenter considérablement la valeur du paramètre b , comme dans l’étude de KIM, HWANG et al. (2003). Les valeurs à 300 °C ne sont pas incluses dans l’ajustement car nous pouvons observer une légère élévation des propriétés à ces températures-là comme le montre l’étude de SUZUKI et al. (2001) probablement associée à un léger vieillissement dû aux interstitiels.

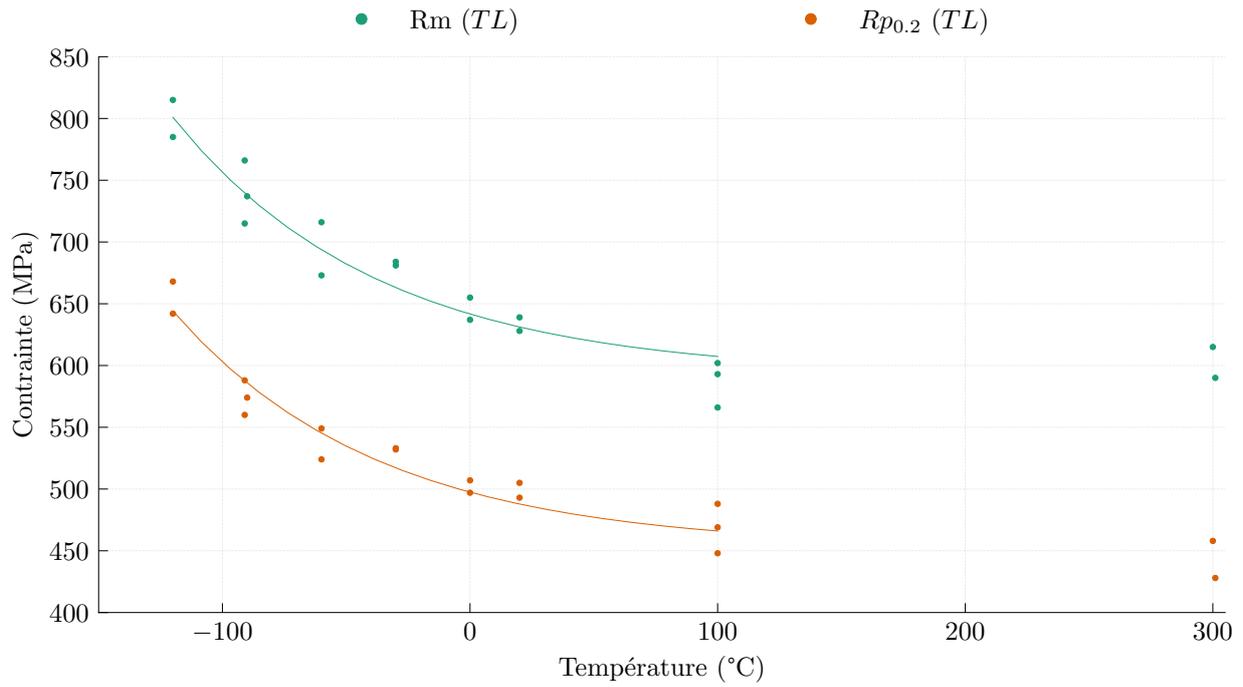


FIGURE 2.16 – Évolutions de la limite d'élasticité $R_{p0.2}$ et de la résistance mécanique R_m en fonction de la température d'essai.

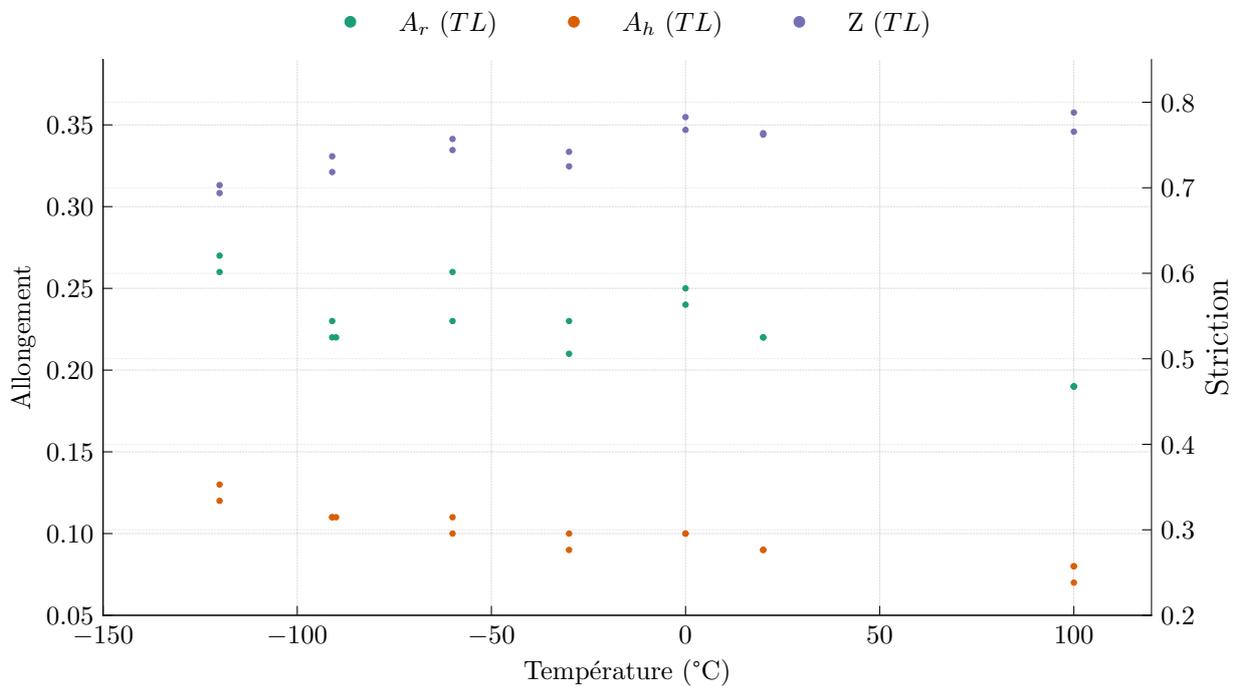


FIGURE 2.17 – Évolutions des allongements plastiques (homogène et à rupture) et de la striction en fonction de la température d'essai.

4.2 Détermination de la transition ductile-fragile du matériau à réception

La transition ductile-fragile du matériau a été établie à l'aide de 12 éprouvettes Charpy standard afin de servir de référence pour les transitions des plaques traitées et pour vérifier que le matériau d'étude répond bien aux spécifications. Nous noterons que 12 éprouvettes représente un nombre d'éprouvettes faible pour déterminer une transition ductile-fragile, néanmoins cela permet de donner une bonne idée des propriétés du matériau à réception. Le lecteur pourra trouver le détail de la méthode expérimentale en annexe 1. Les éprouvettes ont été prélevées suivant la direction TL , la rupture se produit suivant le plan $L-TC$ et la fissure se propage le long de la direction L .

La figure 2.18 donne les résultats expérimentaux obtenus avec l'ajustement en tangente hyperbolique. Le tableau 2.7 donne les caractéristiques de la transition obtenues à partir de l'ajustement des données expérimentales. Dans la transition les résultats d'essais sont peu dispersés (une cinquantaine de joules d'écart au maximum à -75°C). Les éprouvettes cessent d'être complètement rompues autour de 90–100 J à environ -50°C un peu avant la mi-transition. Les éprouvettes qui présentent un faciès complètement ductile, à 0% de cristallinité, ont la même énergie absorbée à rupture, ce qui permet d'estimer le palier ductile (voir la méthode d'ajustement en annexe pour plus de détail). Les valeurs de température de transition trouvées pour le matériau d'étude sont inférieures aux températures trouvées dans la bibliographie (HONG et al., 2016; KIM, HWANG et al., 2003; KIM, LEE et al., 2003; NAYLOR et al., 1981; XIE et al., 2020; MARINI, 2020; YU et al., 2015; TANGUY et al., 2005), ce qui montre la bonne qualité de ce matériau. Les valeurs d'énergie absorbée au palier ductile correspondent quant à elles, aux valeurs trouvées dans la littérature.

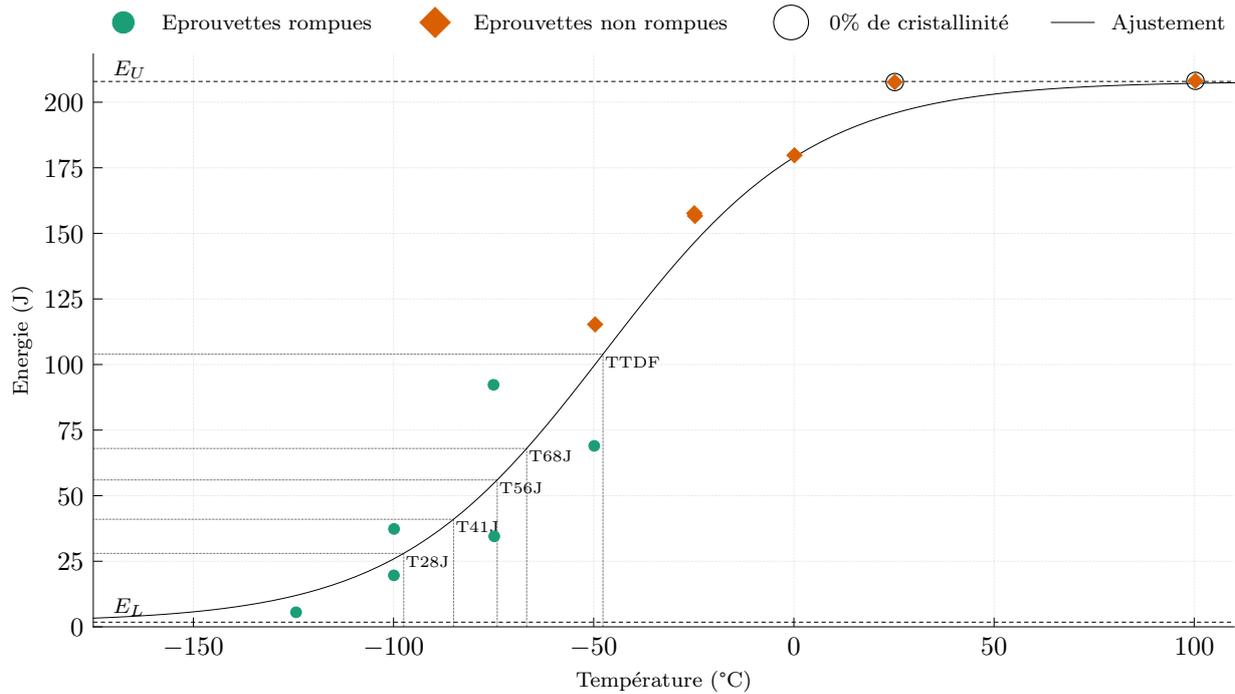


FIGURE 2.18 – Transition ductile-fragile du matériau à réception ($TL-L$).

| T_{28J} (°C) | T_{41J} (°C) | T_{56J} (°C) | T_{68J} (°C) | $T_{k0.9}$ (°C) | $T_{50\%}$ (cristal- linité) (°C) | E_L (J) | E_U (J) | e_U (mm) |
|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|--------------------|--|-----------|-----------|---------------|
| -98 | -86 | -75 | -68 | -72 | -35 | 2 | 214 | 2.68 |

TABLE 2.7 – Grandeurs caractéristiques de la transition ductile-fragile du matériau à réception. e_U désigne l'expansion latérale au palier ductile, E_U l'énergie absorbée au palier ductile et E_L l'énergie au palier fragile. $T_{k0.9}$: température à laquelle l'expansion latérale atteint 0,9 mm. Voir annexe 1.

Par ailleurs, les spécifications du code $RCC - M$ donnent les valeurs moyennes et minimales requises de résultats d'essais à -20°C , 0°C et 20°C dans la direction $TL-L$ (2017, tableau 2). Les résultats des essais par rapport aux spécifications, présentés dans le tableau 2.8 montrent que le matériau répond largement (au minimum 100 J de plus que la spécification) aux spécifications pour les essais réalisés. On notera néanmoins que le nombre d'essais réalisés par température est inférieur au nombre requis (3) par le code.

| Grandeur | Température d'essai de la spécification (°C) | Valeur spécification (direction) (J) | Température d'essai (°C) | Valeur matériau (direction) (J) |
|------------------------------|--|--------------------------------------|--------------------------|---------------------------------|
| Valeur moyenne | -20 | >40 (<i>L</i>) | -25 | 157 (<i>TC</i>) |
| Valeur minimale individuelle | -20 | >28 (<i>L</i>) | -25 | 157 (<i>TC</i>) |
| Valeur moyenne | 0 | >80 (<i>L</i>) | 0 | 180 (<i>TC</i>) |
| Valeur minimale individuelle | 0 | >60 (<i>L</i>) | 0 | 180 (<i>TC</i>) |
| Valeur minimale individuelle | 20 | >72 (<i>L</i>) | 25 | 208 (<i>TC</i>) |

TABLE 2.8 – Comparaison entre les résultats expérimentaux de résilience et la spécification RCC-M (2017, tableau 2).

Conclusions de la section

Les propriétés du matériau en traction et en résilience ont été évaluées et sont cohérentes avec la littérature. Par ailleurs les propriétés en résilience sont particulièrement hautes et sont conformes aux spécifications du code *RCC – M*. Notre matériau d'étude est donc représentatif de la réalité industrielle et peut donc être utilisé afin d'étudier l'effet du traitement thermique.

5 Réalisation des traitements thermiques et transformations du matériau

Objectifs de la section

Le projet de l'étude est de simuler les traitements thermiques tels que subis par le matériau en différents points de l'épaisseur d'une pièce épaisse. Nous avons défini le point de départ des traitements en termes de propriétés. Il nous faut à présent déterminer quelles sont les transformations qui ont lieu lors du refroidissement après austénitisation. Ces informations, couplées au retour d'expérience industriel, nous permettront de choisir les vitesses de refroidissement adaptées pour l'étude. Nous choisirons également les conditions de revenu et nous présenterons la réalisation des traitements sur les 24 plaques usinées dans le matériau à réception et dont nous avons vérifié l'homogénéité et les propriétés.

5.1 Détermination du plan de traitement thermique

Matériau concerné : Matériau dans l'état à réception

L'expérience nous donne les conditions de traitement thermique typiques des forgés lourds :

1. Austénitisation à environ 880 °C pendant 3 h à 8 h.
2. Trempe à l'eau qui conduit à une vitesse de refroidissement de $10\,000\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$ au maximum en peau et à un refroidissement minimum de $150\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$ à la mi-épaisseur dans le cas des pièces les plus épaisses (700 mm d'épaisseur environ).
3. Revenu à environ 640 °C pendant environ 6 h. La vitesse de montée et de descente en température ne doit pas dépasser $50\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$.

Les paramètres de ce traitement thermique se trouvent bien au cœur des études menées dans la littérature, comme nous pouvons le voir à la Section 3.5 notamment.

Cette description nous permet de définir à la fois l'intervalle des vitesses de refroidissement de l'étude mais aussi le revenu dit "typique" autour duquel nous ferons varier les paramètres. Le traitement thermique d'étude est alors le suivant :

1. Austénitisation à 880 °C pendant 2 h. La durée d'austénitisation est ici inférieure à celle du processus industriel du fait de la faible épaisseur des plaques qui assure un maintien en température suffisant à mi-épaisseur et qui réduit la décarburation en surface.
2. Refroidissement selon l'une des vitesses cibles suivantes (entre 800 °C et 500 °C).
 - $10\,000\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$
 - $2000\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$
 - $500\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$
 - $150\text{ °C}\cdot\text{h}^{-1}$
3. Revenu à l'une des conditions suivantes :

- 640 °C pendant 1 h pour un paramètre de revenu $K = 18.26$
- 610 °C pendant 6 h pour un paramètre de revenu $K = 19.25$
- 640 °C pendant 6 h pour un paramètre de revenu $K = 19.90$
- 660 °C pendant 6 h pour un paramètre de revenu $K = 20.33$
- 640 °C pendant 20 h pour un paramètre de revenu $K = 21.00$.

Nous cherchons ici à explorer l'effet des paramètres autour d'une condition "typique" (640 °C pendant 6 h). Les conditions choisies permettent d'étudier à la fois l'effet de la température ou et celui de la durée du revenu.

Le tableau 2.9 donne les combinaisons de paramètres étudiées pour chaque plaque. Il y a 18 plaques trempées et revenues, 4 plaques brutes de refroidissement et 2 plaques de réserve non austénitisée. Bien que nous ayons pu voir que le matériau est homogène, la position des prélèvements, donnée sur la figure 2.3, a été faite de telle manière à ce que, pour chaque vitesse de refroidissement, il y ait autant de plaques vers la mi-épaisseur que vers les peaux.

| Vitesse de refroid. ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Brut de trempe | 640 °C 1 h $K = 18.26$ | 610 °C 6 h $K = 19.25$ | 640 °C 6 h $K = 19.90$ | 660 °C 6 h $K = 20.33$ | 640 °C 20 h $K = 21.00$ |
|--|----------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|
| 150 | ✓ | | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 500 | ✓ | | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 2000 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 10000 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

TABLE 2.9 – Récapitulatif des conditions de traitement thermique pour chaque plaque.

5.2 Étude des transformations au refroidissement après austénitisation du matériau à réception

Afin de déterminer les microstructures obtenues à l'issue du refroidissement, deux diagrammes *TRC*, en peau et à cœur du matériau, ont été tracés. La méthode expérimentale est décrite en annexe 6. La durée d'austénitisation a été réduite afin d'éviter la décarburation. Nous pouvons estimer les températures M_s et B_s empiriques à partir des compositions du tableau 2.3 et des relations 1.10 et 1.11. Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau 2.10. Nous observons des variations significatives en termes de température B_s .

| Composition | B_s (°C) | M_s (°C) |
|-------------|------------|------------|
| Cmp_{S+} | 559 | 382 |
| Cmp_0 | 572 | 390 |
| Cmp_{S-} | 584 | 397 |

TABLE 2.10 – Température B_s et M_s pour les différentes compositions types du matériau d'étude.

Le diagramme *TRC* obtenu pour la peau extérieure de la virole est représenté sur la figure 2.19 et celui à mi-épaisseur sur la figure 2.20. Le tableau 2.11 permet de comparer les deux TRC : toutes les températures caractéristiques sont très proches (différence toujours inférieure à 10 °C) et les vitesses de refroidissement caractéristiques sont également dans les mêmes intervalles. Les températures M_s et B_s sont un peu inférieures à celles trouvées dans la littérature (DAS et al., 2019 ; SUZUKI et al., 2001 ; MARINI et al., 2015). Les vitesses d'apparition et de disparition des microstructures sont cohérentes avec la littérature. Ceci peut s'expliquer par des différences de composition qui peuvent induire des différences significatives, comme le montre la comparaison faite par SUZUKI et al. (2001). La proximité des résultats expérimentaux avec les valeurs empiriques est rassurante sur ce point. Cette similarité des diagrammes TRC est en accord avec les résultats obtenus en termes de composition chimique : le matériau étudié est très homogène du point de vue des transformations. Ce résultat semble indiquer que, pour notre matériau d'étude, l'état d'hétérogénéité n'a pas beaucoup d'influence sur les transformations à l'échelle macroscopique : la peau du matériau présente moins d'hétérogénéités liées aux ségrégations mais se comporte de la même manière que le cœur beaucoup plus ségrégué lors du refroidissement après austénitisation. Nous pouvons comparer les valeurs expérimentales de B_s et M_s avec les valeurs obtenues à partir des relations empiriques, les valeurs empiriques sont supérieures aux valeurs expérimentales. Paradoxalement, les températures de transformation associées à la composition en zone ségréguée positivement se rapproche le plus des valeurs expérimentales et non les valeurs estimées à partir de la composition nominale.

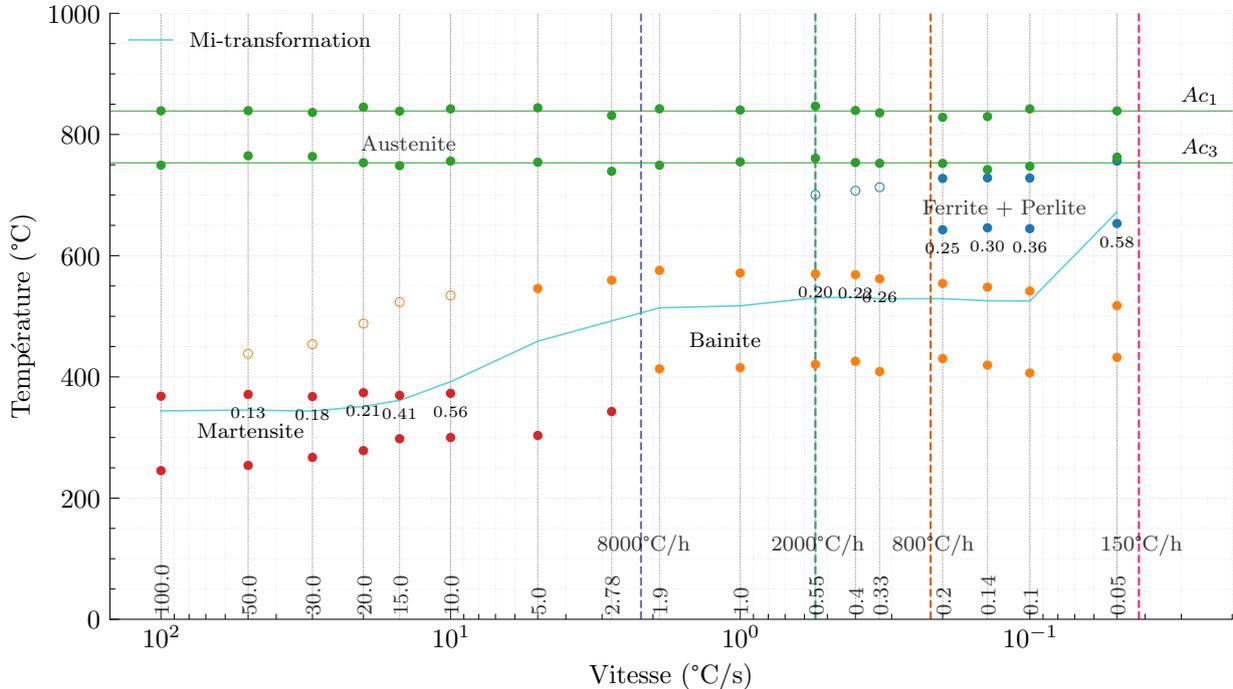


FIGURE 2.19 – Diagramme TRC du matériau en peau extérieure. L'axe des abscisses représente les vitesses dans le sens décroissant. Les lignes verticales pointillées indiquent les vitesses cibles. Les cercles pleins représentent les températures de transformation déterminées de manière usuelle en dilatométrie. Les cercles vides indiquent la température à laquelle une inflexion de la courbe de dilatométrie a été détectée. Voir annexe 6 pour plus de détails.

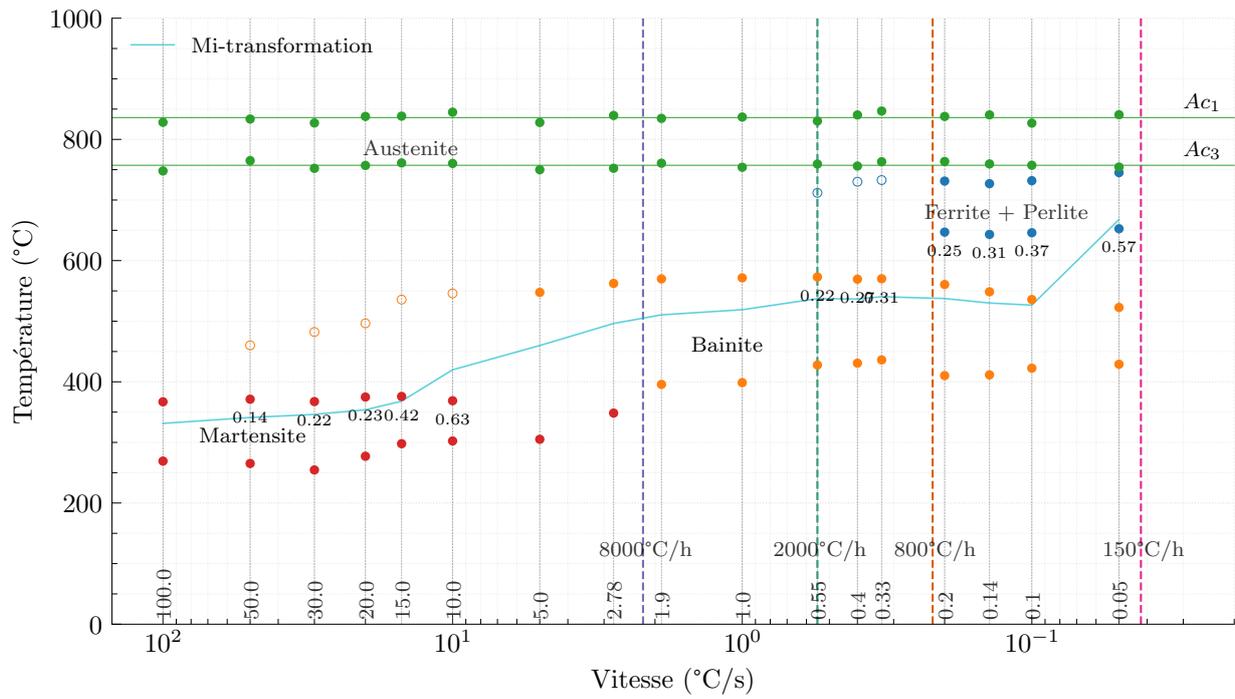


FIGURE 2.20 – Diagramme TRC du matériau à la mi-épaisseur. L'axe des abscisses représente les vitesses dans le sens décroissant. Les lignes verticales pointillées indiquent les vitesses cibles. Les cercles pleins représentent les températures de transformation déterminées de manière usuelle en dilatométrie. Les cercles vides indiquent la température à laquelle une inflexion de la courbe de dilatométrie a été détectée. Voir annexe 6 pour plus de détails.

| Température | TRC mi-épaisseur | TRC en peau extérieure |
|---|------------------|------------------------|
| M_f (°C) (≥ 30 °C · s ⁻¹) | 263 | 255 |
| M_s (°C) | 371 | 371 |
| B_f (°C) ($\leq 1,9$ °C · s ⁻¹) | 417 | 419 |
| B_s (°C) ($\leq 1,9$ °C · s ⁻¹) | 559 | 558 |
| F_f (°C) ($\leq 0,2$ °C · s ⁻¹) | 646 | 646 |
| F_s (°C) ($\leq 0,2$ °C · s ⁻¹) | 732 | 734 |
| Ac_3 (°C) | 757 | 753 |
| Ac_1 (°C) | 836 | 839 |
| Vitesse de refroidissement | TRC mi-épaisseur | TRC en peau extérieure |
| Vitesse de disparition de la ferrite (°C · s ⁻¹) | 0,55 à 1 | 0,55 à 1 |
| Vitesse d'apparition de la martensite (°C · s ⁻¹) | 1,9 à 2,78 | 1,9 à 2,78 |
| Vitesse de disparition de la bainite (°C · s ⁻¹) | 50 à 100 | 50 à 100 |

TABLE 2.11 – Comparaison des températures et des vitesses de refroidissement caractéristiques des deux diagrammes TRC à la mi-épaisseur et en peau extérieure.

La figure 2.21 donne les variations de la dureté moyenne et de l'écart-type de la distribution de dureté de chaque éprouvette de dilatométrie en fonction de la vitesse de refroidissement. Au vu des variations, différents domaines de vitesse de refroidissement ont été définis.

- Pour un refroidissement supérieur à 15 °C · s⁻¹, la dureté se stabilise autour de 450 Vickers, ce qui semble indiquer que la microstructure majoritaire est martensitique.
- Entre 15 °C · s⁻¹ et 1,9 °C · s⁻¹, la dureté diminue, ce qui marque un domaine de transition où martensite et bainite coexistent de façon significative.
- Entre 1,9 °C · s⁻¹ et 0,2 °C · s⁻¹, les valeurs de dureté sont stables et correspondent au domaine purement bainitique.
- En dessous de 0,2 °C · s⁻¹, la dureté diminue plus significativement et la ferrite et la bainite coexistent.

En comparant ces domaines avec les domaines observés sur les diagrammes TRC, nous notons que ceux-ci sont cohérents entre eux bien qu'ils ne correspondent pas exactement aux mêmes vitesses seuil. Le domaine martensitique en dureté commence pour des vitesses plus élevées (15 °C · s⁻¹) que celui défini sur le TRC (10 °C · s⁻¹ pour observer un point M_s marqué). La vitesse seuil de 1,9 °C · s⁻¹ qui marque la limite d'apparition de la martensite est la même pour les deux diagrammes. La même observation est faite pour la frontière entre les domaines bainitique et ferrito-bainitique. Ces observations montrent que la dureté est un bon outil pour observer les changements de transformations liés au refroidissement et pour identifier les microstructures, du moins qualitativement dans un premier temps.

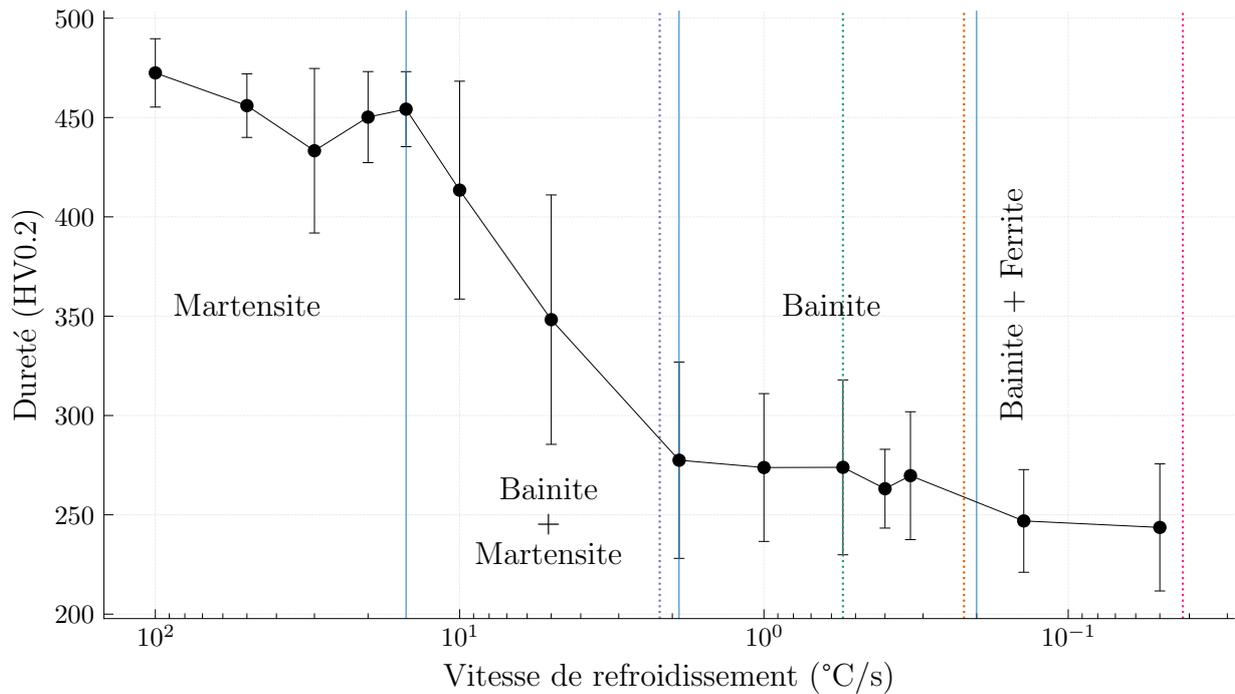


FIGURE 2.21 – Évolution de la dureté moyenne des éprouvettes de dilatométrie en fonction de la vitesse de refroidissement. Les barres d'erreur représentent l'écart-type de la distribution. Les barres colorées en pointillés représentent les vitesses réelles de refroidissement des plaques (voir section suivante).

5.3 Réalisation des traitements thermiques

5.3.1 Réalisation des refroidissements sur plaques et comparaison avec le diagramme TRC

Matériau concerné : 18 plaques usinées dans le matériau à réception qui vont subir un nouveau TTQ

Les austénitisations et les refroidissements ont été réalisés par deux sous-traitants, TBI et Bodycote et supervisés par ArcelorMittal Industeel. Les plaques ont été austénitisées et refroidies ensemble par groupe de 5 ou 6 (en fonction des conditions de revenu choisies). La réalisation de trois des quatre refroidissements (toutes les vitesses sauf $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$) a pu être instrumentée à l'aide de thermocouples. L'étude des variations de la température au cours du temps pour les différents traitements thermiques cibles (figure 2.22) révèle des écarts aux vitesses consignées. Les vitesses de refroidissement sont déterminées par le biais d'une régression linéaire de la courbe $T = f(t)$ entre les températures 800 °C et 500 °C .

- Pour la vitesse cible de $10\,000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$, la courbe temps-température révèle que la vitesse réelle entre 800 °C et 500 °C se trouve entre $6610\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et $12\,102\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour une moyenne de $8085\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$. Nous utiliserons la vitesse de $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour désigner les traitements issus de ce refroidissement.
- Pour la vitesse cible $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$, la vitesse réelle entre 800 °C et 500 °C est bien comprise autour de $2086\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et $1861\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour une vitesse moyenne de $1971\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$. Nous

utiliserons la vitesse de $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour désigner les traitements issus de ce refroidissement.

- Pour $500\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, la vitesse réelle entre $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ est comprise entre $830\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et $781\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour une moyenne de $813\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Nous utiliserons la vitesse de $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour désigner les traitements issus de ce refroidissement.
- La vitesse réelle n'a pas pu être mesurée pour le refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Au vu des résultats pour $500\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et de la difficulté technique que représente ce refroidissement, nous pouvons nous attendre à une vitesse réelle plus élevée. Cependant, nous continuerons de désigner cette vitesse par sa valeur cible faute de valeur précise. La comparaison entre les microstructures obtenues à l'issue du TRC et les microstructures brutes de trempe pourra nous donner une indication supplémentaire sur la vitesse de refroidissement réelle.

Ces courbes permettent également d'évaluer les températures de début et de fin de transformation pour les comparer à celles trouvées dans le diagramme TRC. Pour les refroidissements en dessous de $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, nous observons une diminution de la vitesse de refroidissement autour de $750\text{ }^{\circ}\text{C}$. Elle est associée à l'émission de chaleur de la transformation ferritique. La température de début de la transformation bainitique dépend de la vitesse de refroidissement, elle est observée entre $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour le refroidissement cible à $10\,000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, entre $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour le refroidissement cible à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et en dessous de $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour le refroidissement cible à $500\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Ces températures de début de transformation sont inférieures à celle observées sur le diagramme TRC d'une cinquantaine de degrés environ. Ces écarts sont peut-être dus à la méthode de mesure qui n'est pas la même (montage, taille et dimensions des échantillons, exothermie de la transformation dans le cas du refroidissement contre dilatation thermique pour la dilatométrie, ...).

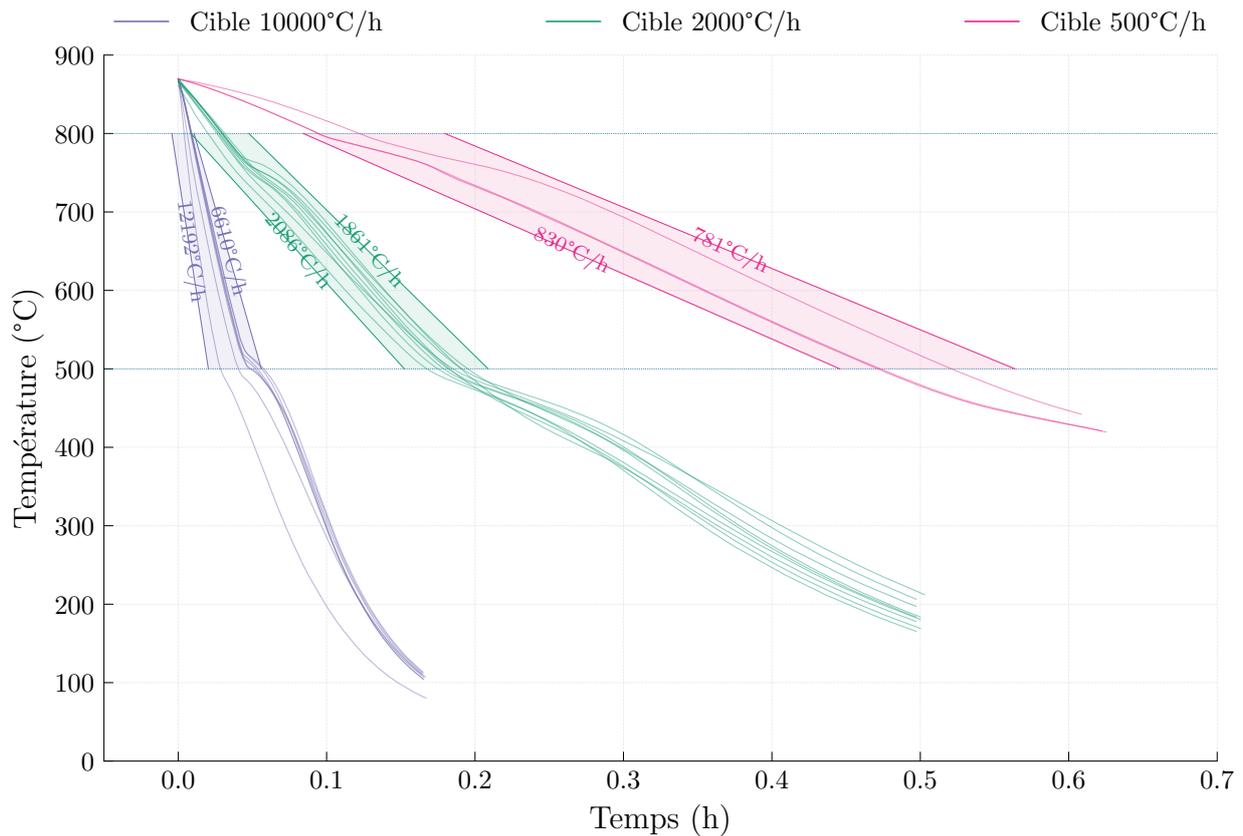


FIGURE 2.22 – Évolution de la température en fonction du temps lors des refroidissements des différentes plaques.

5.3.2 Réalisation des revenus

Matériau concerné : 18 plaques usinées, austénitisées, trempées et revenues.

Les revenus ont été réalisés par ArcelorMittal Industeel au Creusot. Une fois l'austénitisation et la trempe faites, les plaques ont été revenues suivant les conditions définies au tableau 2.9. Nous étudions l'effet de la durée et de la température autour d'un revenu "standard" 640 °C pendant 6 h. Le graphique de la figure 2.23 donne l'évolution de la température mesurée à l'aide de thermocouples positionnés sur les plaques en fonction du temps lors de la réalisation des différents revenus. La vitesse de chauffage est fixée à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et la vitesse de refroidissement à $50\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$. La figure 2.23 montre que ces revenus ont été correctement réalisés en termes de durée et de température de revenu.

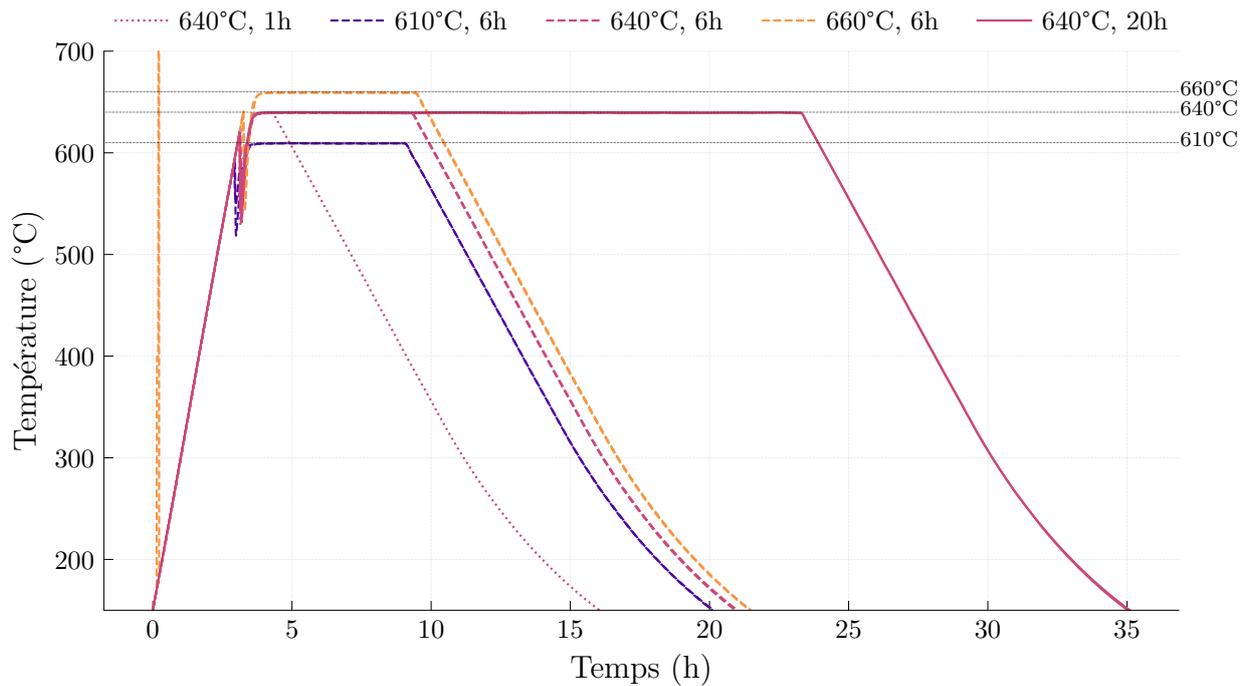


FIGURE 2.23 – Évolution de la température en fonction du temps lors des revenus des différentes plaques.

5.4 Dureté des microstructures brutes de refroidissement

Matériau concerné : 4 plaques usinées, austénitisées et trempées mais non revenues (brutes de refroidissement).

Afin de connaître l'état de référence avant revenu, les microstructures brutes de refroidissement ont pu être observées et leur dureté évaluée. Le tableau 2.12 résume les caractéristiques de chaque distribution. Nous pouvons noter le très bon accord entre les duretés moyennes évaluées et la dureté prédite par la figure 2.21 qui donne les variations de dureté des échantillons de dilatométrie en fonction de la vitesse de refroidissement. Les microstructures réelles devraient donc être proches de celles prédites par le diagramme TRC. Ces résultats semblent notamment indiquer que la vitesse de refroidissement réelle pour le refroidissement cible à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ est plutôt proche de la vitesse cible.

| Vitesse de refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Dureté moyenne (HV0.2) | Écart-type (HV0.2) | Nombre de mesures |
|--|---------------------------|--------------------|-------------------|
| 8000 | 291 | 44 | 3845 |
| 2000 | 264 | 19 | 3845 |
| 800 | 256 | 26 | 3845 |
| 150 | 247 | 33 | 3845 |

TABLE 2.12 – Statistiques descriptives des distributions de dureté des matériaux bruts de refroidissement.

Conclusions de la section

Basé sur l'expérience industrielle, un plan de 18 traitements thermiques qui couvre l'ensemble des vitesses de refroidissement rencontrées lors de la trempe des gros forgés a été défini. Ce plan permet également l'étude de l'effet des paramètres de revenu autour d'un revenu typique à 640°C pendant 6 h. La détermination du diagramme TRC du matériau à la mi-épaisseur et en peau extérieure a également permis de vérifier l'homogénéité du matériau en termes de transformations et d'identifier les microstructures à l'issue du refroidissement. L'étude de la réalisation du traitement thermique a permis de connaître les vitesses réelles de refroidissement et de montrer que le revenu s'est fait conformément aux spécifications. La comparaison de valeurs de dureté moyenne obtenues pour le TRC et pour les matériaux bruts de refroidissement a permis de vérifier que la vitesse de refroidissement cible à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ a été atteinte. Les autres valeurs sont en accord avec la dureté prédite par les diagrammes TRC.

Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons pu présenter le matériau à réception et caractériser les états bruts de trempe. Nous disposons d'un coupon d'étude issue d'une virole de générateur de vapeur. La composition chimique a été évaluée et est conforme aux spécifications d'un acier de type 16MND5. Par ailleurs, bien que le matériau soit macroscopiquement homogène du point de vue chimique, il présente des variations locales importantes de la microstructure associées à la présence de ségrégations que l'on peut également observer sur les cartographies de dureté. Macroscopiquement, la dureté est maximale en peaux et minimale à cœur, ce qui est attendu d'une pièce épaisse trempée. De manière générale, les plaques usinées vont présenter le même niveau global d'hétérogénéités, ce qui nous permettra de les comparer entre elles sans avoir à se poser la question d'un état initial vraiment différent. Les propriétés mécaniques en traction et la transition ductile-fragile du matériau ont été déterminées. Le matériau répond aux spécifications et présente des propriétés en accord avec la littérature. Notre étude dispose d'un point de départ cohérent et adapté à son objectif. Nous avons ensuite déterminé le plan de traitement thermique des plaques qui ont été usinées dans le coupon d'étude. Deux diagrammes TRC ont été tracés en peau extérieure et à la mi-épaisseur et ont confirmé l'homogénéité de comportement métallurgique du matériau. Notre étude se concentre sur les propriétés des microstructures bainitiques et ferrito-bainitiques. L'étude de la réalisation des traitements thermiques nous a également permis de déterminer les vitesses réelles de refroidissement tandis que le revenu a été réalisé conformément aux spécifications. La dureté des bruts de refroidissement est en accord avec les variations de dureté prédites par les TRC. Le chapitre suivant sera consacré à l'étude des évolutions des propriétés mécaniques et microstructurales en fonction des paramètres de revenu.

Bibliographie du chapitre 2

- AMZIL, A. (2021). « Compréhension et modélisation des mécanismes et des effets de géométrie dans la partie basse de la transition ductile-fragile ». Mines Paristech : PSL (cf. p. 121).
- BARCELO, F, B MARINI, S SAILLET et P TODESCHINI (2018). « Metallurgical Characterization of Micro-Heterogeneities in a 16MND5 Forging. », p. 10 (cf. p. 110).
- DAS, Arpan, Saurav SUNIL et Rajeev KAPOOR (2019). « Effect of Cooling Rate on the Microstructure of a Pressure Vessel Steel ». *Metallography, Microstructure, and Analysis* 8.6, p. 795-805. DOI : [10.1007/s13632-019-00585-6](https://doi.org/10.1007/s13632-019-00585-6) (cf. p. 128).
- DEPINOY, Sylvain (2015). « Microstructural Evolution of a 2.25Cr - 1 Mo Steel during Austenitization and Temper : Austenite Grain Growth, Carbide Precipitation Sequence and Effects on Mechanical Properties » (cf. p. 112).
- E28 COMMITTEE (2023). *Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. ASTM International. DOI : [10.1520/E0008_E0008M-13A](https://doi.org/10.1520/E0008_E0008M-13A) (cf. p. 121).
- HONG, Seokmin, Jaemin SONG, Min-Chul KIM, Kwon-Jae CHOI et Bong-Sang LEE (2016). « Effects of Microstructural Variation on Charpy Impact Properties in Heavy-Section Mn-Mo-Ni Low Alloy Steel for Reactor Pressure Vessel ». *Metals and Materials International* 22.2, p. 196-203. DOI : [10.1007/s12540-016-5568-x](https://doi.org/10.1007/s12540-016-5568-x) (cf. p. 123).
- KIM, S., B. HWANG et S. LEE (2003). « Analysis of Fracture Toughness in the Transition-Temperature Region of an Mn-Mo-Ni Low-Alloy Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 34.6, p. 1275-1281. DOI : [10.1007/s11661-003-0238-2](https://doi.org/10.1007/s11661-003-0238-2) (cf. p. 120, 121, 123).
- KIM, S., S. LEE et B. S. LEE (2003). « Effects of Grain Size on Fracture Toughness in Transition Temperature Region of Mn-Mo-Ni Low-Alloy Steels ». *Materials Science and Engineering : A* 359.1-2, p. 198-209. DOI : [10.1016/S0921-5093\(03\)00344-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00344-7) (cf. p. 120, 123).
- LI, C. W., L. HAN, Guanghua YAN, Qingdong LIU, Xiaomeng LUO et Jianfeng GU (2016). « Time-Dependent Temper Embrittlement of Reactor Pressure Vessel Steel : Correlation between Microstructural Evolution and Mechanical Properties during Tempering at 650 °C ». *Journal of Nuclear Materials* 480, p. 344-354. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2016.08.039](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.08.039) (cf. p. 110).
- LI, C.W., L.Z. HAN, X.M. LUO, Q.D. LIU et J.F. GU (2016). « Effect of Tempering Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of a Reactor Pressure Vessel Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 477, p. 246-256. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2016.05.017](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.05.017) (cf. p. 110).
- MARINI, B. (2020). « Empirical Estimation of Uncertainties of Charpy Impact Testing Transition Temperatures for an RPV Steel ». *EPJ Nuclear Sciences & Technologies* 6, p. 57. DOI : [10.1051/epjn/2020019](https://doi.org/10.1051/epjn/2020019) (cf. p. 123).
- MARINI, B., X. AVERTY, P. WIDENT, P. FORGET et F. BARCELO (2015). « Effect of the Bainitic and Martensitic Microstructures on the Hardening and Embrittlement under Neutron Irradiation of a Reactor Pressure Vessel Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 465, p. 20-27. DOI : [10.1016/j.jnucmat.2015.05.023](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.05.023) (cf. p. 128).

- MOATTARI, Mastaneh, Iradj SATTARI-FAR, Italo PERSECHINO et Nicola BONORA (2016). « Prediction of Fracture Toughness in Ductile-to-Brittle Transition Region Using Combined CDM and Beremin Models ». *Materials Science and Engineering : A* 657, p. 161-172. DOI : [10.1016/j.msea.2015.12.090](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.090) (cf. p. 121).
- NAYLOR, J. P. et M. GUTTMANN (1981). « Mechanism of Upper-Nose Temper Embrittlement in Mn-Ni-Mo A533 Gr. B Steel ». *Metal Science* 15.10, p. 433-441. DOI : [10.1179/msc.1981.15.10.433](https://doi.org/10.1179/msc.1981.15.10.433) (cf. p. 123).
- REN, Sicong, Bernard MARINI, Pierre JOLY et Patrick TODESCHINI (2020). « Microstructure-Informed Modelling of the Fracture Toughness of Alloys Representing Macro-Segregated Zones in Heavy Forgings ». *Procedia Structural Integrity* 28, p. 684-692. DOI : [10.1016/j.prostr.2020.10.079](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.10.079) (cf. p. 121).
- RENEVEY, S., S. CARASSOU, B. MARINI, C. ERIPRET et A. PINEAU (1996). « Ductile - Brittle Transition of Ferritic Steels Modelled by the Local Approach to Fracture ». *Le Journal de Physique IV* 06.C6, p. C6-343-C6-352. DOI : [10.1051/jp4:1996634](https://doi.org/10.1051/jp4:1996634) (cf. p. 121).
- RENEVEY, Stéphane (1998). « Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de la transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié ». Paris 9 Orsay (cf. p. 116, 120).
- SUZUKI, K, I KURIHARA, T SASAKI, Y KOYOMA et Y TANAKA (2001). « Application of High Strength MnMoNi Steel to Pressure Vessels for Nuclear Power Plant ». *Nuclear Engineering and Design*, p. 17. DOI : [10.1016/S0029-5493\(00\)00440-4](https://doi.org/10.1016/S0029-5493(00)00440-4) (cf. p. 120, 121, 128).
- TANGUY, B., J. BESSON, R. PIQUES et A. PINEAU (2005). « Ductile to Brittle Transition of an A508 Steel Characterized by Charpy Impact Test Part I : Experimental Results ». *Engineering Fracture Mechanics* 72.1, p. 49-72. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2004.03.010](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2004.03.010) (cf. p. 123).
- WALLIN, K. (2002). « Master Curve Analysis of the “Euro” Fracture Toughness Dataset ». *Engineering Fracture Mechanics* 69.4, p. 451-481. DOI : [10.1016/S0013-7944\(01\)00071-6](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(01)00071-6) (cf. p. 121).
- XIE, C., Z. LIU, X. WANG, X. HE et S. QIAO (2020). « Effect of Two-Step Tempering Treatment on Microstructure and Impact Toughness of Bainitic Steel for Heavy Wall Thickness Reactor Pressure Vessels ». *Materials Characterization* 160, p. 110070. DOI : [10.1016/j.matchar.2019.110070](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110070) (cf. p. 123).
- YANKOVA, Maria S., Andrey P. JIVKOV, Rajesh PATEL et Andrew H. SHERRY (2022). « Capturing the Temperature Dependence of Cleavage Fracture Toughness in the Ductile-to-Brittle Transition Regime in Ferritic Steels Using an Improved Engineering Local Approach ». *Journal of Pressure Vessel Technology* 144.3, p. 031503. DOI : [10.1115/1.4054497](https://doi.org/10.1115/1.4054497) (cf. p. 121).
- YU, Meifang, Zhen LUO et Y.J. CHAO (2015). « Correlations between Charpy V-notch Impact Energy and Fracture Toughness of Nuclear Reactor Pressure Vessel (RPV) Steels ». *Engineering Fracture Mechanics* 147, p. 187-202. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2015.08.008](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.08.008) (cf. p. 123).

Chapitre 3

Effet des paramètres de traitement thermique sur la microstructure et les propriétés

Objectifs

Nous avons pu déterminer le point de départ de notre étude et l'homogénéité du matériau au chapitre précédent. Nous présentons ici les résultats de caractérisation, à la fois microstructurales et mécaniques des différents traitements thermiques. Il s'agit de mettre en exergue les tendances et les corrélations entre les caractéristiques des traitements thermiques.

Table des matières

| | | |
|-------|--|-----|
| 1 | Évolutions microstructurales lors des traitements thermiques | 141 |
| 1.1 | Variations de la dureté en fonction du traitement thermique | 141 |
| 1.2 | Variations de la microstructure | 145 |
| 1.2.1 | Microstructures morphologiques rencontrées | 145 |
| 1.2.2 | Phases secondaires types rencontrées lors des observations . . . | 148 |
| 1.2.3 | Étude des désorientations cristallines dans la matrice | 153 |
| 1.2.4 | Remarques sur l'effet du revenu sur la microstructure | 156 |
| 2 | Variations des propriétés mécaniques avec les paramètres de traitement thermique | 159 |
| 2.1 | Effet du traitement thermique et de la microstructure sur les propriétés en traction | 159 |
| 2.1.1 | Limite d'élasticité et résistance mécanique | 161 |
| 2.1.2 | Propriétés en ductilité | 164 |
| 2.2 | Variations des propriétés en résilience | 165 |
| 2.2.1 | Évolution de l'énergie au palier fragile | 168 |
| 2.2.2 | Évolution de l'énergie au palier ductile | 168 |
| 2.2.3 | Évolution de la température de transition avec les conditions de traitement thermique | 171 |
| 2.2.4 | Dispersion des résultats d'essais dans la transition | 173 |
| 2.2.5 | Évolution de la largeur de la transition | 174 |
| 2.3 | Variations de la ténacité avec les conditions de traitement thermique . . . | 175 |
| 3 | Quelles sont les relations entre les différentes caractéristiques mécaniques? . . . | 178 |
| 3.1 | Relation entre dureté et propriétés en traction | 178 |
| 3.2 | Relation entre propriétés en traction et résilience | 179 |
| 3.2.1 | Corrélations avec l'énergie au palier ductile | 179 |
| 3.2.2 | Corrélations autour de la température de transition | 181 |
| 3.3 | Relation entre ténacité et résilience | 182 |

1 Évolutions microstructurales lors des traitements thermiques

Objectifs de la section

Nous décrivons ici les évolutions microstructurales observées selon les différents traitements thermiques. La dureté, la morphologie des microstructures, les constituants et les distributions de désorientations sont évaluées afin de repérer les différences éventuelles qui permettent de comprendre les évolutions de propriétés mécaniques qui sont présentées à la section suivante.

Afin de relier au mieux propriétés à rupture et microstructure pour chaque traitement thermique, une éprouvette de résilience de basse énergie (<10 J), afin d'éviter toute déformation de la microstructure, a été tronçonnée à environ 3 mm du faciès de rupture. La rupture du matériau étant complètement fragile, l'endommagement est limité à la surface de l'éprouvette ou approchant, les cartographies EBSD, sensibles à la déformation, ne révèlent pas d'endommagement. Par ailleurs, après revenu, les composés MA se sont décomposés (voir Section 2.3.1) et donc n'évoluent pas lors d'un abaissement de température. La surface de l'échantillon obtenu a été préparée pour évaluer la dureté et observer la microstructure suite au traitement thermique. Le schéma de la figure 3.1 représente la position du plan de coupe sur une demi-éprouvette de résilience.

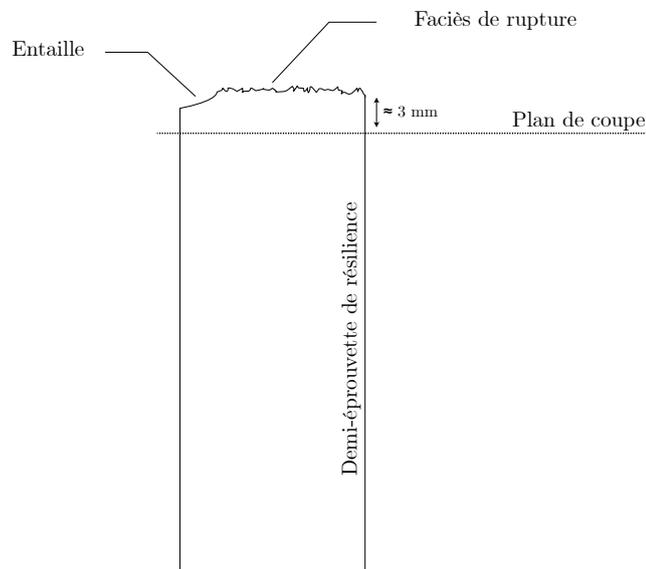


FIGURE 3.1 – Schéma de la position du plan de coupe par rapport au faciès de rupture pour la caractérisation métallographique.

1.1 Variations de la dureté en fonction du traitement thermique

La dureté de chaque microstructure a été évaluée par le biais d'une cartographie sur la surface des échantillons ainsi prélevés. La méthodologie de mesure de la dureté est exposée en

annexe 5. L'étude des cartographies individuelles révèle que les distributions sont très étalées. Nous retrouvons les formes de cartographies observées pour le matériau à réception où les microségrégations apparaissent très clairement (figure 3.2). Nous observons également que la forme des distributions de dureté n'est pas la même pour tous les traitements thermiques. La forme des distributions semble être liée à la vitesse de refroidissement. Le matériau, bien qu'homogène d'un point de vue macroscopique, présente des variations microstructurales et mécaniques à l'échelle microscopique. Il est important de noter que cette hétérogénéité complique notre étude sur le lien entre microstructures et propriétés à rupture dans la mesure où les essais mécaniques, de nature macroscopique, correspondent à la résultante des microstructures dans les ségrégations et hors des ségrégations. La définition du lien entre microstructure et propriétés à rupture est par conséquent moins évidente car il nous faut prendre en compte l'effet des variations locales de microstructure et de comportement.

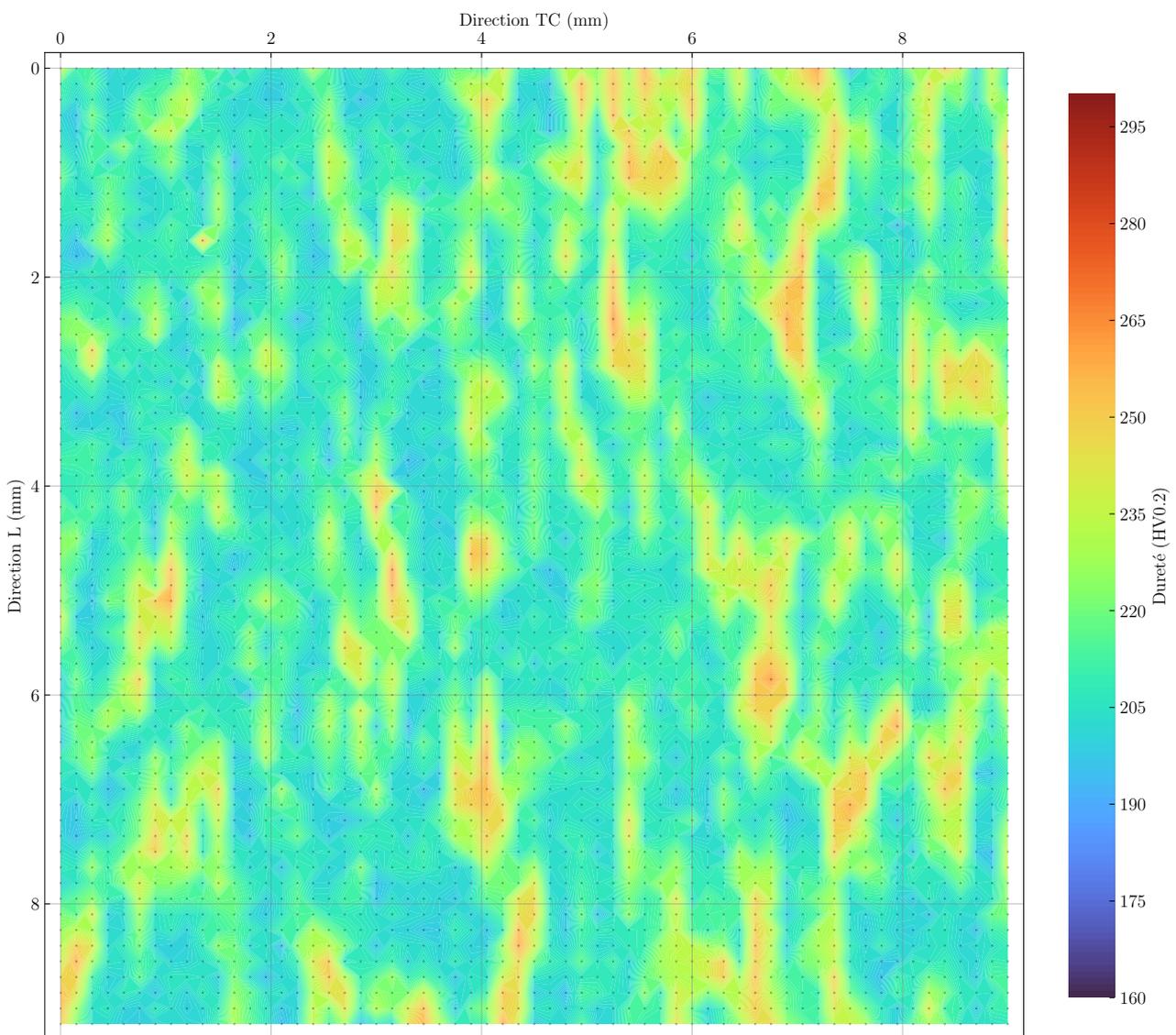


FIGURE 3.2 – Cartographie de dureté ($HV_{0.2}$) issue d'un échantillon refroidi à $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 6 h. Les ségrégations, qui correspondent aux zones de dureté supérieure, apparaissent clairement. Les ségrégations sont allongées dans la direction longue du forgeage (L).

La figure 3.3 donne les variations de la dureté moyenne et de l'écart-type de la distribution en fonction du traitement thermique. Les valeurs de dureté moyenne sont très rapprochées les unes des autres notamment pour les vitesses de refroidissement inférieures à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$. La dureté pour un refroidissement plus rapide à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ à revenu faible ($K = 18.26$ ou $K = 19.25$) semble être légèrement (une dizaine de Vickers) supérieure aux trois autres vitesses qui présentent des duretés très similaires pour les mêmes revenus. L'écart-type varie entre 6 et 16 $\text{HV}_{0.2}$ et sa moyenne est de 10 $\text{HV}_{0.2}$. Ces valeurs de dureté très proches entre les vitesses de refroidissement pour une même condition de revenu, malgré des duretés différentes à l'état brut de trempe (tableau 2.12) montre la différence de sensibilité au revenu. Plus le refroidissement est rapide plus la diminution de dureté est importante lors du revenu. La dureté diminue avec l'intensité du revenu (représenté par le paramètre de revenu), ou en augmentant la durée ou la température de revenu, les effets sont plus marqués aux hautes vitesses de refroidissement.

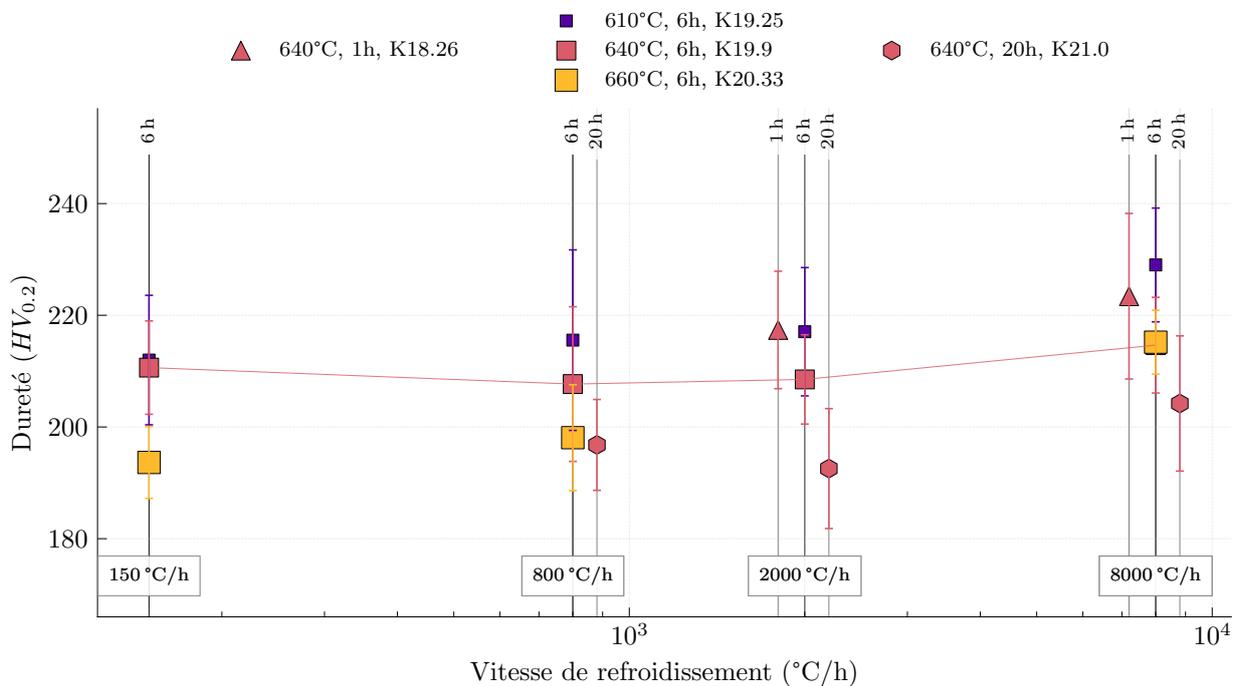


FIGURE 3.3 – Évolution de la dureté moyenne en fonction des différents paramètres de traitement thermique à température ambiante. L'écart-type de la distribution est représenté par les barres d'erreurs. La vitesse de refroidissement est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés).

Nous pouvons également vérifier la relation entre la dureté et le paramètre de revenu (voir figure 3.4). Il semble bien y avoir une relation linéaire entre la dureté et le paramètre de revenu, pour un coefficient qui diffère (tableau 3.1) pour chaque microstructure mais qui reste néanmoins proche de la valeur usuelle de $C = 20$. Ce coefficient semble par ailleurs refléter la sensibilité de la microstructure au revenu : les microstructures refroidies plus lentement, donc moins sensibles au revenu, ont un coefficient moins élevé que les microstructures refroidies rapidement. La comparaison des microstructures dans la suite de l'étude se fera néanmoins à coefficient fixé à

| Vitesse de refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Coefficient C de calcul du paramètre de revenu |
|---|--|
| 8000 | 20,50 |
| 2000 | 18,74 |
| 750 | 18,12 |
| 150 | 17,78 |

TABLE 3.1 – Valeurs du coefficient C utilisées pour calculer le paramètre de revenu.

$C = 20$ (figure 3.5). Le palier observé pour les paramètres de revenu bas est sûrement dû au durcissement secondaire du matériau.

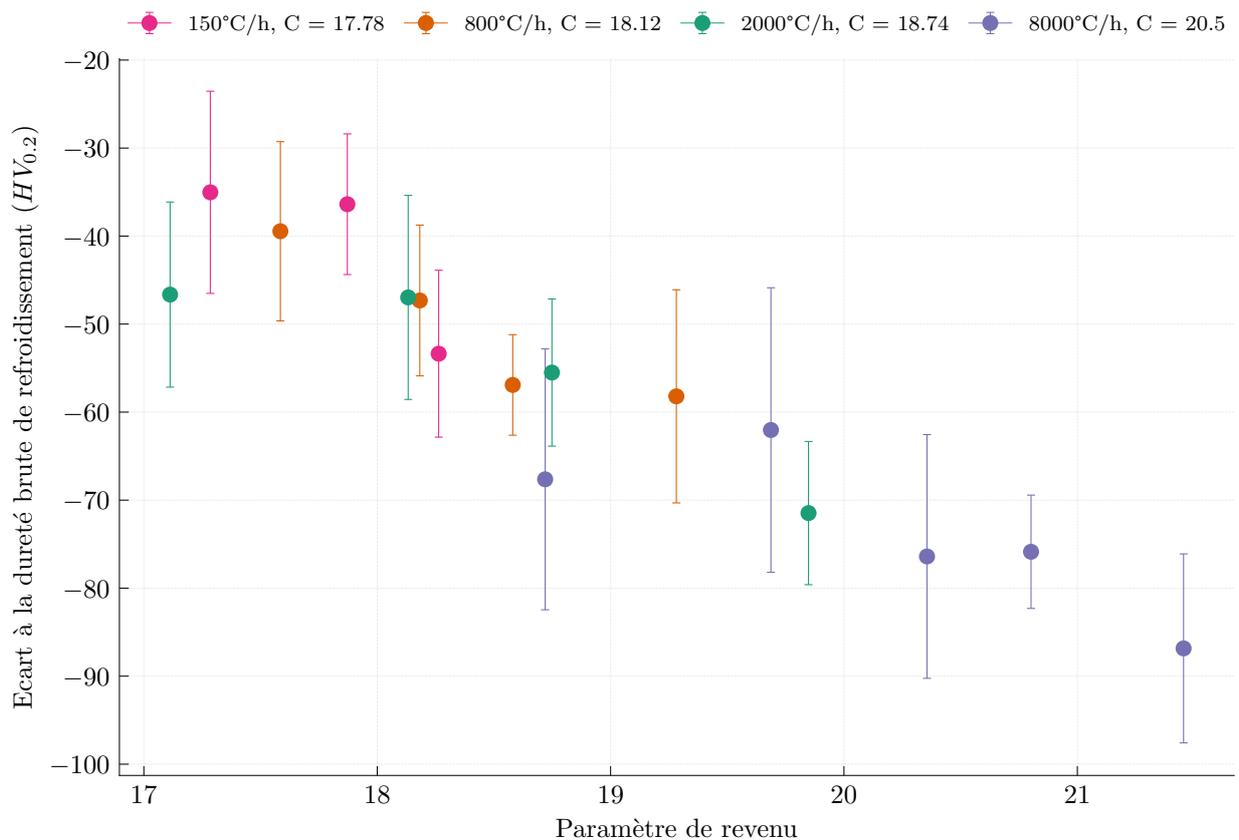


FIGURE 3.4 – Écart à la dureté moyenne du brut de refroidissement pour chaque microstructure revenue, en fonction du paramètre de revenu et de la vitesse de trempe. Paramètre C variable.

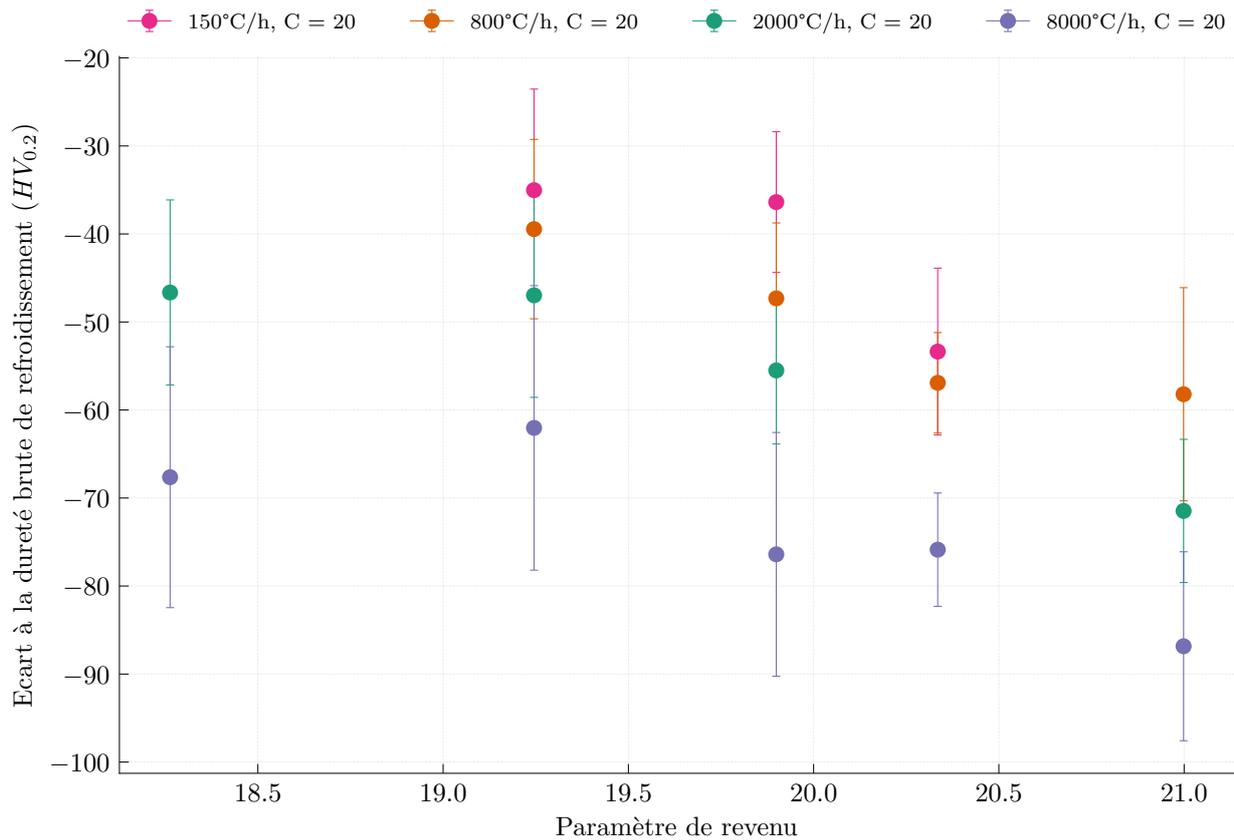


FIGURE 3.5 – Écart à la dureté moyenne du brut de refroidissement pour chaque microstructure revenue, en fonction du paramètre de revenu et de la vitesse de trempe. Paramètre $C = 20$.

1.2 Variations de la microstructure

Nous cherchons à comprendre le lien entre propriétés à rupture et microstructure, dans cette perspective, cette section est dédiée à une étude descriptive de la microstructure. Nous cherchons ici à identifier les différents types de microstructures pour les mettre en relation qualitative avec les propriétés mécaniques que nous détaillerons ensuite.

1.2.1 Microstructures morphologiques rencontrées

D'un point de vue morphologique, nous avons pu observer quatre archétypes d'organisation microstructurale.

- De la *ferrite proeutectoïde*, PF , accompagnée d'îlots fortement carburés, de natures variées, pour les microstructures dans les zones ségréguées négativement issues d'un refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et plus rarement pour $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ comme le montre la figure 3.6. La taille des grains de ferrite est très variable mais de l'ordre de 5-15 μm .

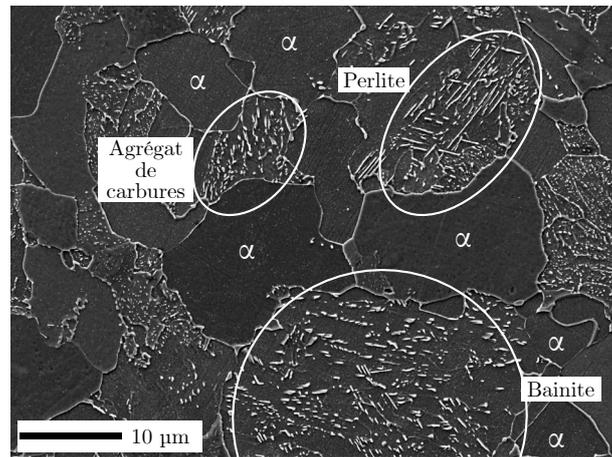


FIGURE 3.6 – Exemple de ferrite proeutectoïde. Nous observons aussi de la perlite en partie dégénérée et de la bainite avec divers constituants secondaires. Traitement thermique : $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640^{\circ}\text{C} - 20\text{h}$.

- De la bainite granulaire, *GB*, accompagnée d'îlots riches en carbures (figure 3.7). Cette microstructure se retrouve aux refroidissements à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Cette microstructure est caractérisée par une structure assez peu lisible, nous ne distinguons pas de paquet ou de lattes et les constituants secondaires sont variés et répartis de manière inhomogène.

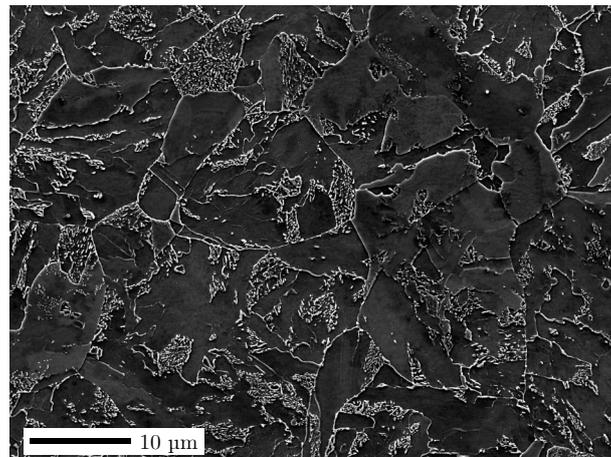


FIGURE 3.7 – Exemple de bainite granulaire pour la microstructure refroidie à $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 610°C pendant 6 h.

- De la bainite supérieure, *UB*, comme sur la figure 3.8 où l'on voit que les carbures ou petits amas allongés s'alignent et semblent décrire les groupements de lattes et la structure en paquets. Les groupements de lattes sont assez épais, de l'ordre du micromètre d'épaisseur comme attendu au vu de la littérature. Contrairement à la bainite granulaire, il y a beaucoup moins d'îlots de constituants secondaires.

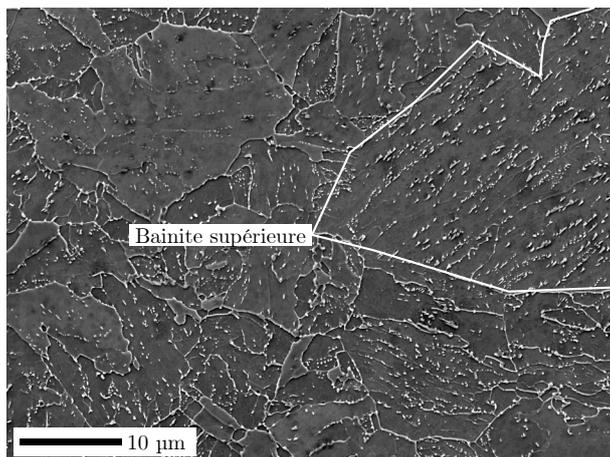


FIGURE 3.8 – Exemple de bainite supérieure observée pour la microstructure refroidie à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 20 h.

- De la bainite inférieure, *LB*, pour les zones ségréguées des microstructures issues d'un refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. On y observe également des carbures au sein des groupes de lattes et inclinés à 60° environ de la direction longue du groupement. La microstructure est ici beaucoup plus fine, les groupements de lattes sont épais de quelques centaines de nanomètres. Les carbures sont répartis de manière très homogène par rapport aux deux autres types de microstructures bainitiques observées.

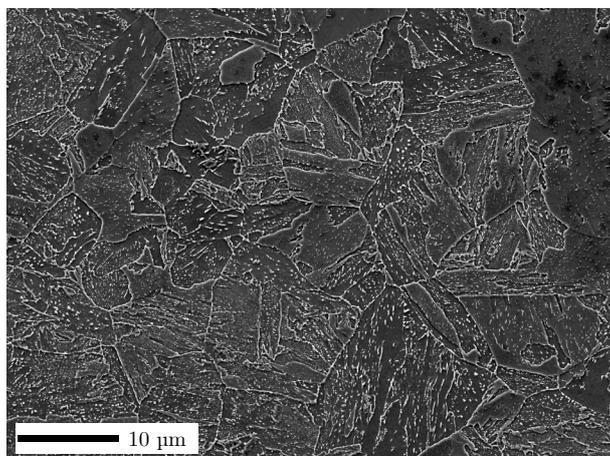


FIGURE 3.9 – Exemple de bainite inférieure observée pour la microstructure refroidie $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h.

Il est important que noter que les quatre types de microstructures illustrés plus haut sont des microstructures types qui reflètent un état donné de traitement thermique couplé à une position donnée, et donc, du fait des ségrégations, à une chimie donnée. La microstructure réelle de chaque traitement correspond à des variations et des mélanges autour de ces exemples. Nous récapitulons les observations dans le tableau 3.2. Les variations observées sont cohérentes avec celles observées dans la littérature. Les microstructures obtenues sont également en accord avec celles prédites par les diagrammes TRC (figure 2.20 et figure 2.19) et les mesures de dureté des bruts de refroidissement (figure 2.21). En effet, le refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ traverse le domaine de la ferrite proeutectoïde. Le refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ frôle le domaine de la ferrite proeutectoïde

dont nous observons des traces dans les zones ségréguées négativement. Ceci semble indiquer que les zones ségréguées négativement sont plus proches des prédictions que les zones ségréguées positivement. Le refroidissement à $8000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ ne semble pourtant pas présenter de martensite alors que la vitesse de refroidissement est très proche du domaine martensitique. Il faut remarquer l'effet significatif des ségrégations qui élargissent considérablement la gamme de microstructures présentes pour chaque traitement thermique. À ces quatre archétypes morphologiques s'ajoute une grande diversité de secondes phases ou de constituants microstructuraux.

| Vitesse de refroidissement ($^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Seg_- | | Seg_+ |
|--|-----------------------------|-----------|-------------------------|
| 150 | <i>PF</i> | | <i>GB</i> _{UB} |
| 800 | <small>PF</small> <i>GB</i> | <i>UB</i> | <i>LB</i> |
| 2000 | <i>GB</i> | <i>UB</i> | <i>LB</i> |
| 8000 | <i>UB</i> | | <i>LB</i> |

TABLE 3.2 – Microstructures observées en fonction de la vitesse de refroidissement et de la position dans les ségrégations. La police plus petite indique la présence de traces. *PF* = Ferrite proeutectoïde, *GB* = Bainite granulaire *UB* = Bainite supérieure et *LB* = Bainite inférieure.

1.2.2 Phases secondaires types rencontrées lors des observations

Nous détaillons les différentes populations de phases secondaires en les classant par localisation au sein de la structure.

- Des carbures sont observés au sein de la *matrice ferritique* pour tous les traitements thermiques. Dans le cas des vitesses de refroidissement basses, ils sont aussi observés dans les grains de ferrite proeutectoïde. Ces carbures, en forme de bâtonnets ou sphériques et de taille nanométrique, se présentent sous la forme d'une fine dispersion. Il s'agit très certainement (voir chapitre 1) de carbures Mo_2C qui se forment lors du revenu. Cette dispersion est bien observable sur l'image de la figure 3.10. Dans certains cas, nous pouvons observer une précipitation de ces carbures suivant des orientations spécifiques à 60° les unes des autres qui font penser à la précipitation des carbures dans la martensite suivant certains variants de la relation d'orientation de Bagaryatski.

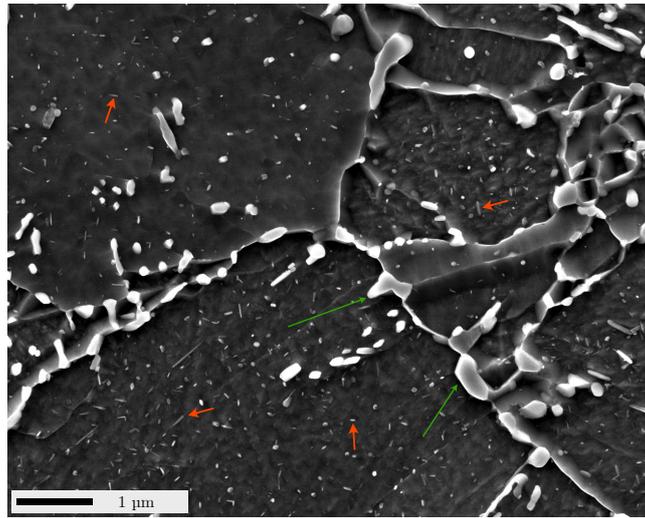


FIGURE 3.10 – Exemples de dispersion de carbures dans la ferrite bainitique indiqués par les flèches orange. Traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640^{\circ}\text{C} - 20 \text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires.

— Nous pouvons également observer des *amas* qui correspondent aux anciens composés MA qui se sont décomposés lors du refroidissement et du revenu. La figure 3.11 illustre cette transformation entre le brut de refroidissement et le matériau revenu. La microstructure de ces amas est très variable, on peut y observer :

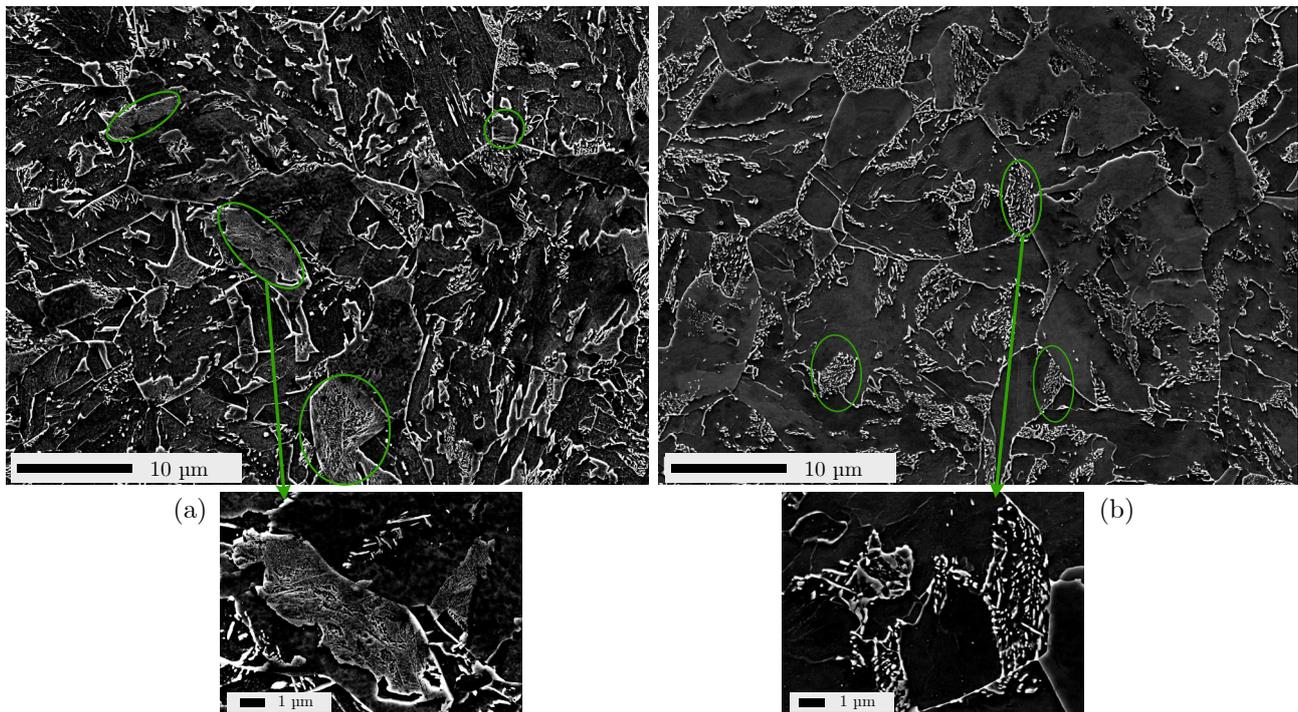


FIGURE 3.11 – (a) : Microstructure brute de refroidissement ($2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$). (b) : Microstructure après revenu à 640°C pendant 1 h. Les composés MA (partiellement décomposés pour certains) présents dans la microstructure brute se sont complètement décomposés en amas de carbures (entourés en vert pour chaque image). Image MEB en mode électrons secondaires (capteur InLens).

— Des agrégats de carbures de forme ovoïde ou allongée comme le montre la figure 3.12.

Pour certains agrégats, il s'agit peut-être de bainite dégénérée, au vu des similarités (figure 1.22) avec l'étude de ZAJAC et al. (2005).



FIGURE 3.12 – Détail d'un amas de carbures. Traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} -640^{\circ}\text{C} -1 \text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires.

- Une microstructure perlitique dans certains cas. Cette perlite peut coexister dans les amas de carbures avec d'autres carbures. Cette perlite est dite dégénérée où nous pouvons observer des ensembles de carbures allongés parallèles les uns aux autres mais sans obtenir une microstructure bien définie. La figure 3.13 illustre ce type de constituant. L'espacement inter-carbures dans les deux photos est différent, ce qui semble indiquer que la teneur en carbone de l'austénite mère était différente.

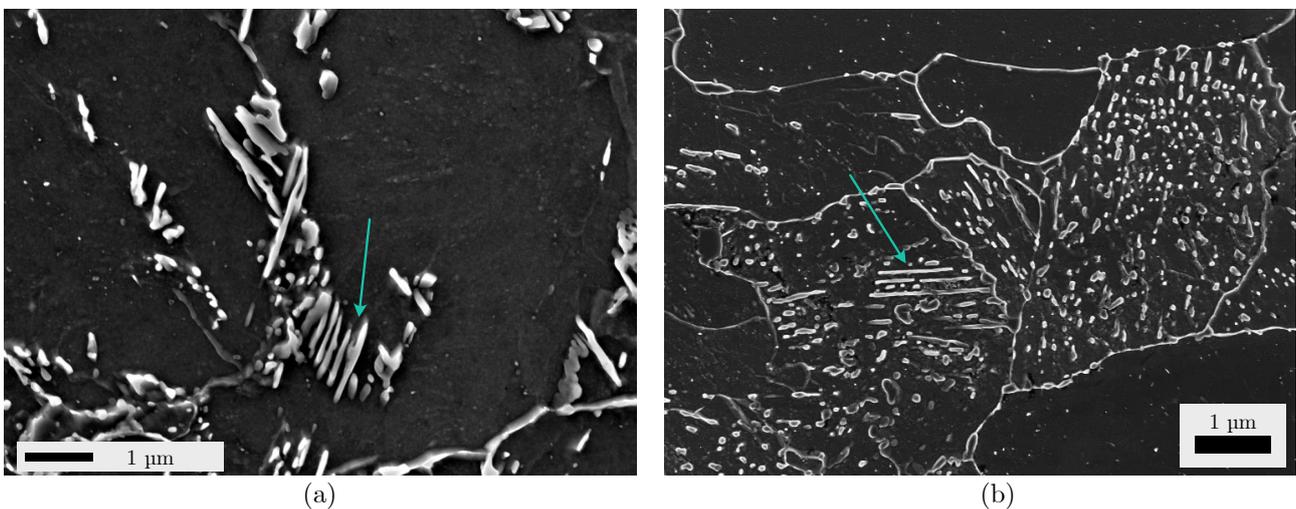


FIGURE 3.13 – (a) : Perlite issue de la décomposition de l'austénite. Traitement thermique $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} -610^{\circ}\text{C} -6 \text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires. (b) : Perlite lamellaire coexistant avec d'autres carbures plus globulaires au sein d'un amas. Traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} -660^{\circ}\text{C} -6 \text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires (capteur InLens).

- Nous observons également des *constituants secondaires bainitiques* de différents types.
- Des carbures allongés entre les lattes de bainite, c'est la morphologie "classique" du carbure bainitique (figure 3.14). Il s'agit certainement de cémentite, au vu de la

bibliographie du chapitre 1.

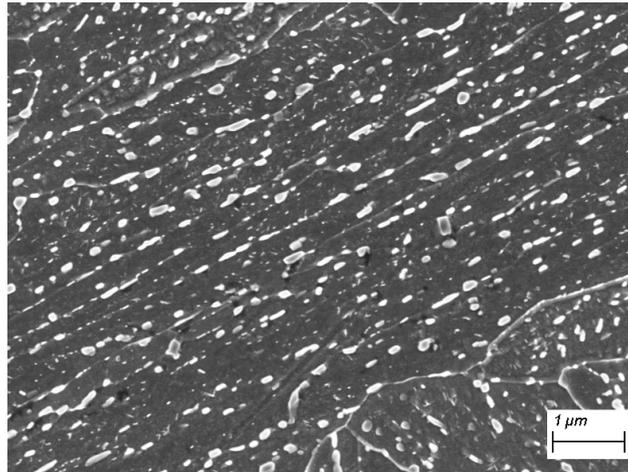


FIGURE 3.14 – Exemple de carbures interlattes bainitiques. Traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ °C} - 6\text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires.

- Des carbures intralattes typiques de la **bainite inférieure** orientés à environ 60° de l'axe long des lattes (figure 3.15).

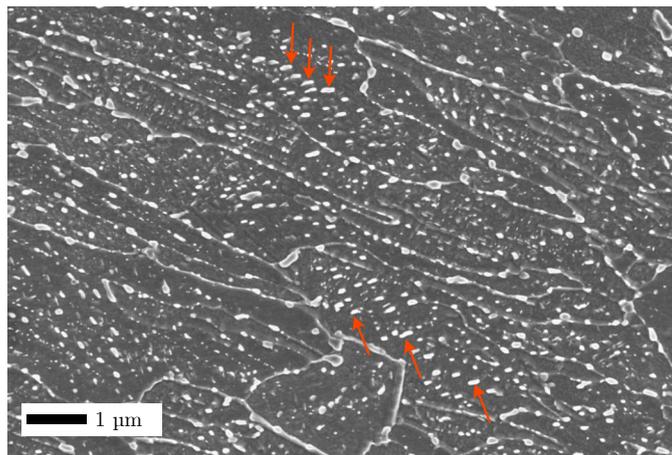


FIGURE 3.15 – Exemple de carbures intralattes. Traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ °C} - 6\text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires.

- Dans le cas où le constituant secondaire de la bainite était de l'austénite résiduelle, cette dernière peut se décomposer de la même manière que les amas. Sur la figure 3.16, nous pouvons observer un alignement de carbures particulier entre les lattes de bainite sur le bas gauche de l'image. Cette image montre également un exemple de bainite supérieure avec les constituants secondaires répartis seulement entre les lattes. L'image de la figure 3.17 donne un autre exemple de la décomposition de ces amas interlattes.

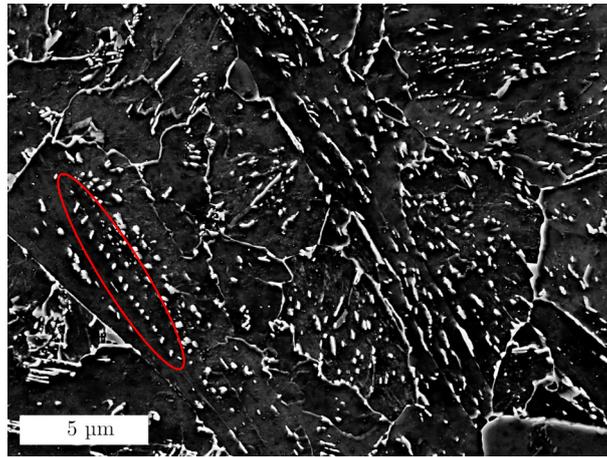


FIGURE 3.16 – Exemple d’alignement de carbures interlattes (entouré en rouge) observée pour la microstructure refroidie à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 20 h.

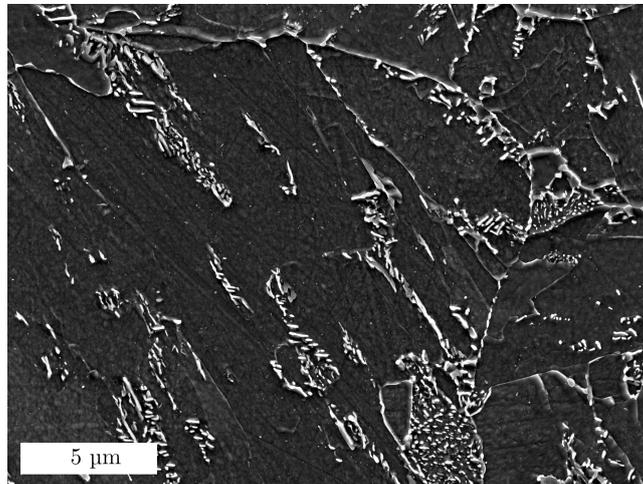


FIGURE 3.17 – Exemple d’amas de carbures interlattes observés pour la microstructure refroidie à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 20 h.

- Les micrographies données en exemple pour les cas précédents illustrent également les carbures que l’on peut trouver au niveau des joints de grains (anciens grains austénitiques, blocs ou paquets bainitiques). À cet endroit les carbures sont de formes diverses : allongée, ovoïde ou de forme très irrégulière. La figure 3.18 illustre ce type de carbure au centre. Ils semblent être assez peu fréquents, comparativement au reste des autres carbures, au sein de la microstructure. Il est possible d’en trouver sur des jonctions triples comme sur la figure ou simplement au joint (comme sur la figure 3.10 au niveau de la flèche verte). Ces carbures sont en général un peu plus gros que les autres carbures. Ils semblent être moins présents dans la bainite inférieure.

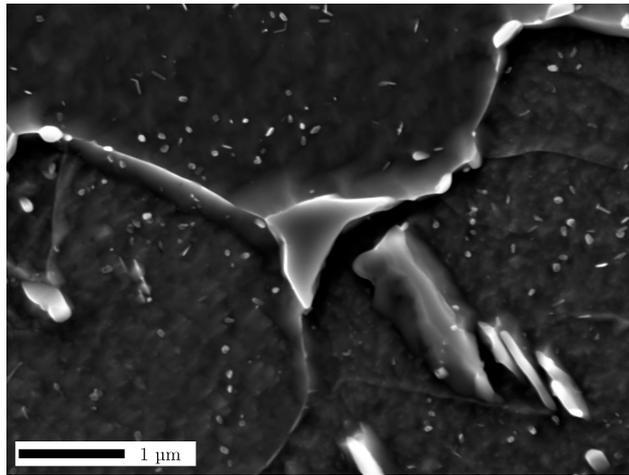


FIGURE 3.18 – Détail d’un carbure situé dans un point triple. Traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ }^{\circ}\text{C} - 20\text{ h}$. Image MEB en mode électrons secondaires.

Les images présentées nous ont donné à voir différents éléments de la microstructure que nous répertorions au tableau 3.3 suivant :

| Phase ou constituant | Présence |
|--|---|
| Fins carbures Mo_2C | Toutes les conditions de traitement thermique |
| Agrégats de carbures | Bainite Granulaire |
| Carbures alignés entre les groupes de lattes | Bainite supérieure, Bainite inférieure |
| Carbures dans les groupes de lattes, parfois orientés à 60° | Bainite inférieure |
| Carbures irréguliers dans les joints de grains | Bainite supérieure, Bainite granulaire, Bainite inférieure (moins présents) |
| Agrégats de carbures entre les groupes de lattes | Bainite supérieure |

TABLE 3.3 – Récapitulatif des phases et constituants secondaires observés

1.2.3 Étude des désorientations cristallines dans la matrice

Matériau concerné : 4 plaques usinées, austénitisées et trempées et revenues à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h.

Pour le revenu dit “typique” à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h ($K = 19.90$), deux cartographies EBSD ont été réalisées pour chaque vitesse de refroidissement. Nous considérons que les caractéristiques observées ici ne sont pas modifiées par la variation des conditions de revenu. En effet, d’après la Section 2.3, les joints restent peu impactés par le revenu dans la gamme de durée et de température considérée.

La figure 3.19 donne les différentes distributions de désorientations pour chaque vitesse de refroidissement dans les deux zones de ségrégation.

La courbe associée au refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ sur zone ségrégée positivement est typique de la distribution de désorientations observée pour une microstructure bainitique inférieure. Il existe un maximum de désorientations à 60° précédé d'un pic secondaire bien marqué autour de 53° . Les désorientations faibles (2 à 15°) sont peu présentes.

Pour le même refroidissement, la zone ségrégée négativement est similaire aux zones ségrégées positivement des trois autres microstructures. Le profil est semblable à celui de la bainite supérieure avec les deux pics à 53° et 60° de tailles similaires (voir le détail sur la figure 3.19).

Enfin, les zones ségrégées négativement des trois refroidissements les plus bas sont plus similaires à de la bainite granulaire en termes de désorientations. La figure 3.20 illustre très clairement cette différence de densité de joints fortement désorientés.

Nous avons donné à comparer la morphologie et la figure de pôles inverses sur la figure 3.21. La bainite inférieure se distingue bien des deux autres types. Tandis qu'il est possible de voir la structure en groupes de lattes sur la bainite supérieure malgré une morphologie grossière, cette structure n'est plus visible pour la bainite granulaire.

Du point de vue des distributions de désorientations, il existe donc trois archétypes microstructuraux qui semblent correspondre aux morphologies observées plus haut et à ce qui a été présenté dans la littérature au chapitre 1. Nous remarquons cependant que la répartition de ces archétypes n'est pas la même, nous n'observons de la bainite inférieure qu'à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, contrairement aux observations précédentes (3.2). Cela est sûrement dû à un placement des cartographies et des images à des niveaux de ségrégations différents.

L'analyse de la taille des anciens grains austénitiques (désorientations comprises entre 21° et 49°) ne montre pas de différence particulière entre les microstructures avec une taille comprise entre 20 et $30\text{ }\mu\text{m}$.

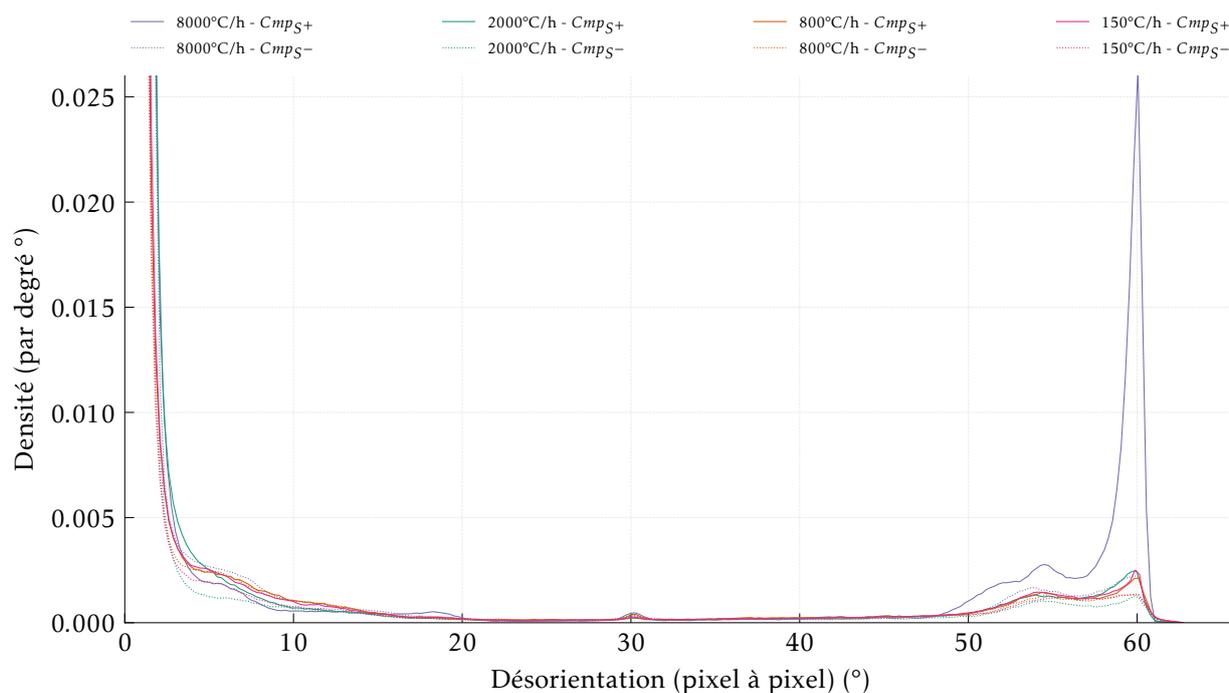


FIGURE 3.19 – Comparaison des distributions de désorientation pixel à pixel pour les quatre traitements thermiques en zone ségréguée positivement et négativement.

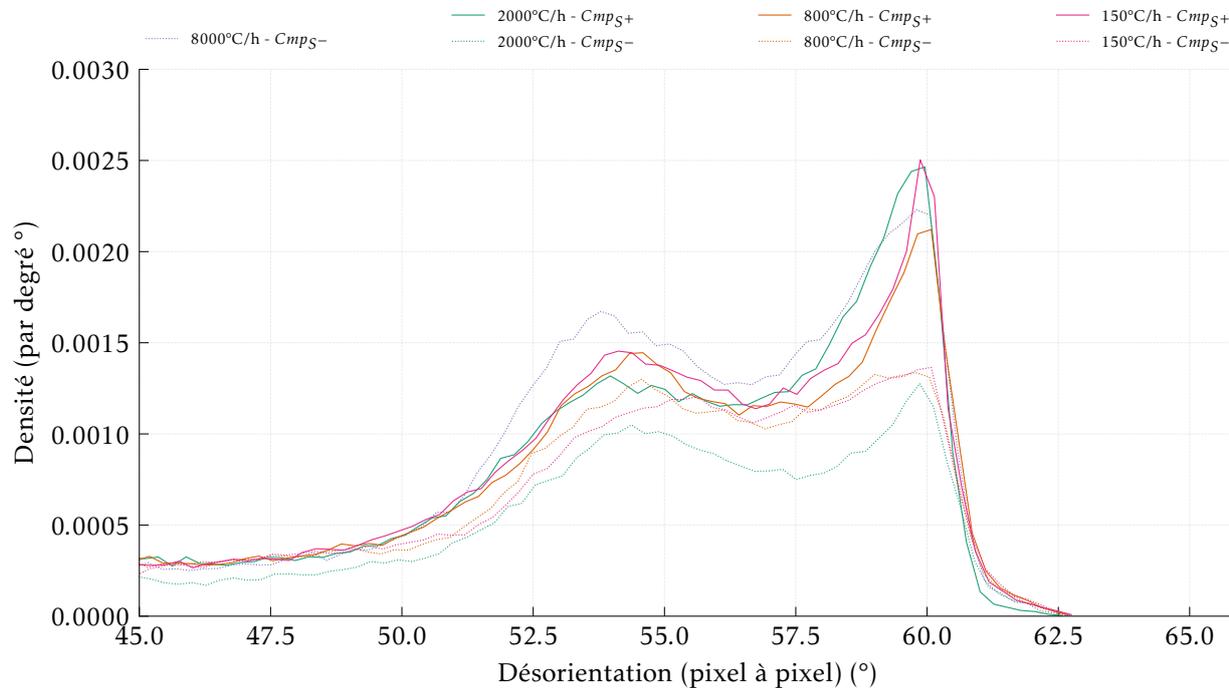


FIGURE 3.20 – Détail des distributions aux fortes désorientations à l'exception du refroidissement à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ en zone ségréguée positivement.

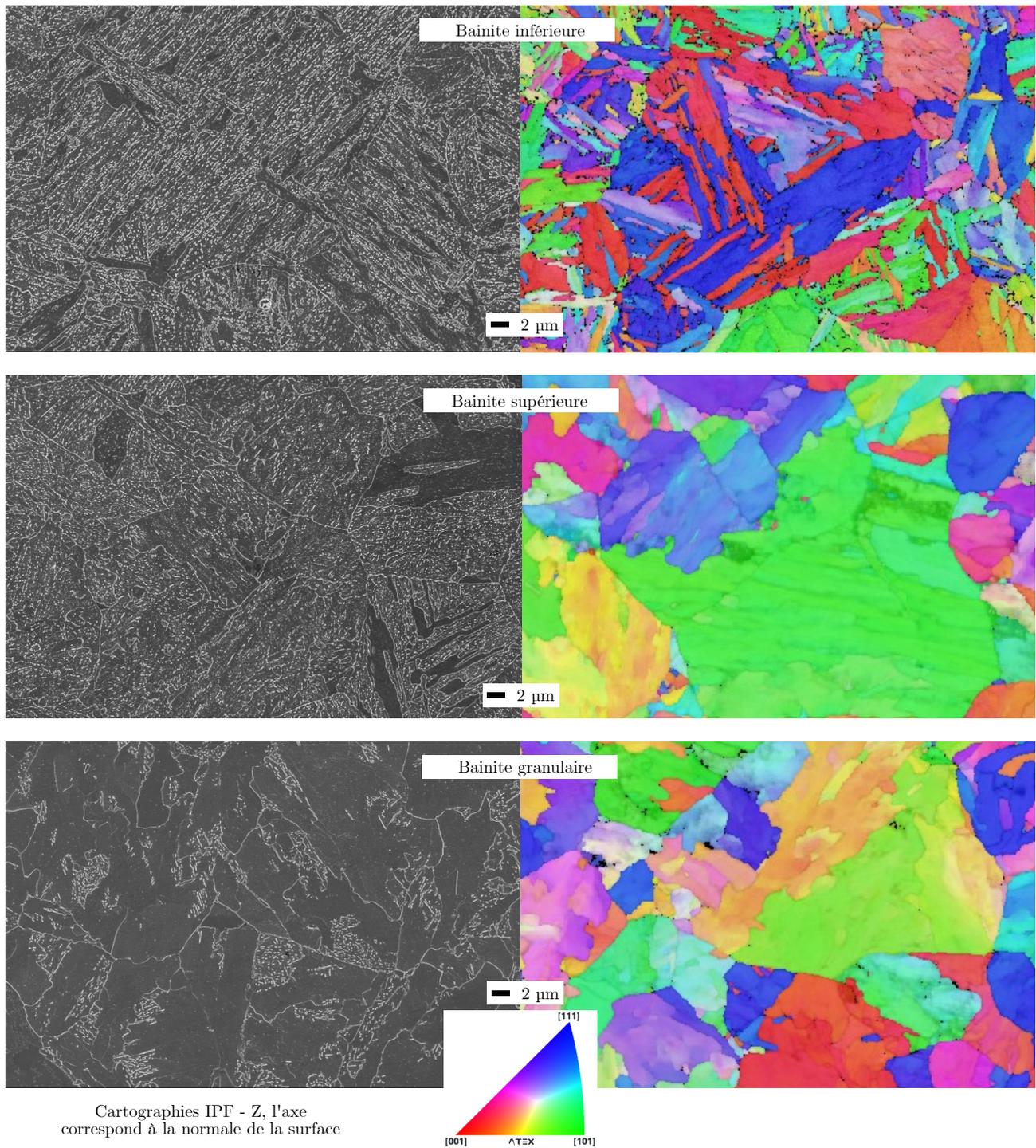


FIGURE 3.21 – Comparaison image MEB (gauche) et extrait des cartographies en figure de pôles inverse (droite) pour un refroidissement de $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ en zone ségréguée positivement pour la bainite inférieure, pour un refroidissement de $800\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ en zone ségréguée positivement pour la bainite supérieure et pour un refroidissement de $800\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ en zone ségréguée négativement pour la bainite granulaire. Les images MEB et les figures de pôles ne correspondent pas aux mêmes zones.

1.2.4 Remarques sur l'effet du revenu sur la microstructure

Les variations des paramètres de revenu ne provoquent pas de changements majeurs dans les microstructures. La figure 3.22 présente ces évolutions dans le cas de deux vitesses de refroidissement pour deux types de microstructures bainitiques différentes. Les joints semblent

être moins marqués pour la bainite granulaire et la structure fine en groupes de lattes semble être un peu moins visibles dans le cas de la bainite inférieure. Les amas de carbures semblent également être moins denses dans le cas de la bainite granulaire.

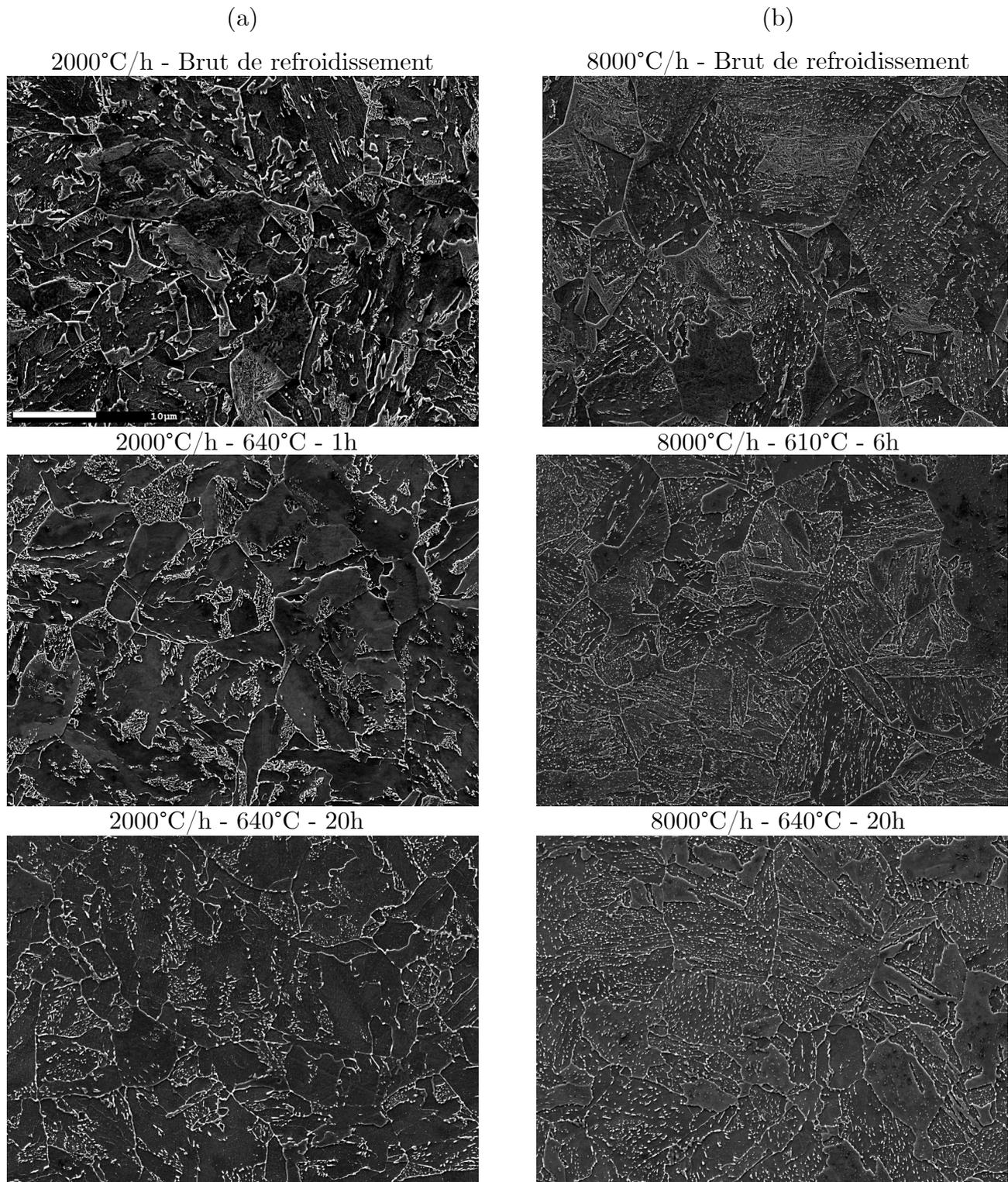


FIGURE 3.22 – Effet du revenu sur la bainite granulaire (a) et sur la bainite inférieure (b).

Conclusions de la section

Le matériau d'étude, suite aux divers traitements thermiques, présente une grande variété de microstructures bainitiques allant de la bainite inférieure à la bainite granulaire avec la présence de ferrite proeutectoïde dans les zones ségréguées négativement pour le refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$. Les microstructures obtenues sont cohérentes avec le diagramme TRC du chapitre 2. Cette variabilité est due en partie au grand nombre de traitements réalisés mais aussi à la présence de ségrégations qui font varier, pour un même traitement, la microstructure. L'effet de la microstructure sera donc difficile à prendre en compte de manière précise et univoque. Le revenu semble avoir un effet sur les joints et la densité de la précipitation semble également diminuer dans les zones très riches en carbures. Nous avons donc observé une large gamme de microstructures bainitiques dont nous allons à présent évaluer les propriétés en traction et en résilience.

2 Variations des propriétés mécaniques avec les paramètres de traitement thermique

Objectifs de la section

Dans cette partie nous chercherons à mettre en évidence l'effet du traitement thermique sur l'évolution des propriétés mécaniques du matériau. Nous nous servirons notamment de la notion de paramètre de revenu (équation 1.12) introduite dans la Section 2.3.

2.1 Effet du traitement thermique et de la microstructure sur les propriétés en traction

Pour chaque traitement thermique, les propriétés en traction uniaxiale ont été évaluées à $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ à raison de deux essais par température et par condition. Le lecteur trouvera le détail de la méthode expérimentale et des courbes représentatives en annexe 4. La dépendance en température ($R(T) = a + b \exp(-cT)$) de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité est très similaire pour tous les traitements thermiques (figure 3.23), ce qui nous indique que les variations observées pour les propriétés à température ambiante devraient rester similaires à toutes les températures d'études. Nous présenterons donc, dans la suite du propos, les variations des propriétés à température ambiante.

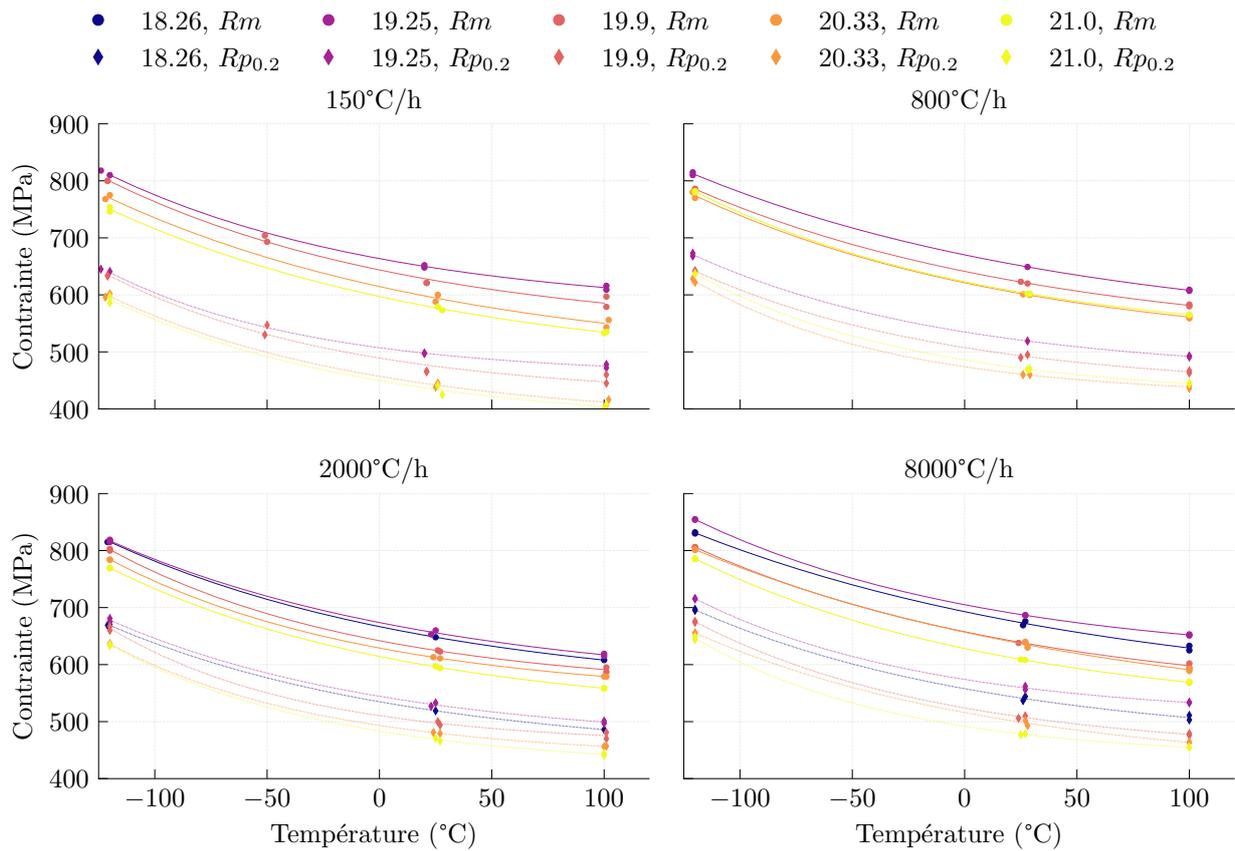


FIGURE 3.23 – Dépendance de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) et de la résistance mécanique (R_m) envers la température d'essai pour les 4 vitesses de refroidissement et pour chaque condition de revenu.

L'écart entre deux mesures étant faible (la différence entre les deux mesures est inférieure à 12 MPa dans le cas de la résistance mécanique), nous considérerons que la moyenne suffit à caractériser les différences potentielles entre microstructures.

2.1.1 Limite d'élasticité et résistance mécanique

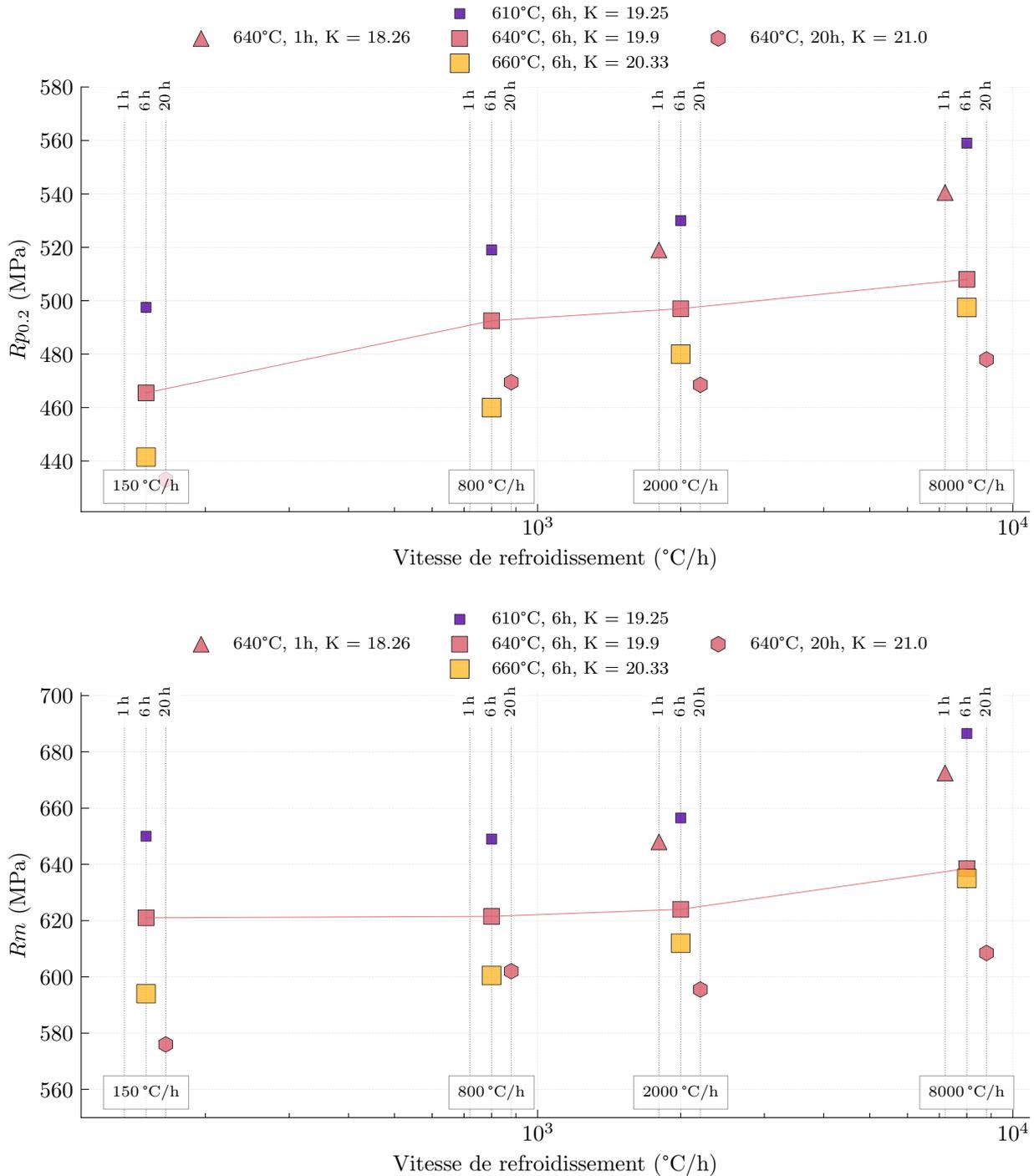


FIGURE 3.24 – Évolution de la limite d'élasticité, $R_{p0.2}$, et de la résistance mécanique, R_m , à température ambiante, en fonction des différents paramètres de traitement thermique. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés.).

La figure 3.24 donne les variations de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique, à température ambiante, en fonction de la vitesse de trempe, de la température du revenu et

de la durée du revenu. Nous utilisons ici la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation malgré la présence d'un palier de Lüders. D'une part les valeurs de $Rp_{0.2}$ sont très proches de celles de Re_L et d'autre part cela permet de pouvoir disposer d'une grandeur définie de la même manière à toutes les températures. Les tableaux 3.4 et 3.5 donnent les écarts relatifs de limite d'écoulement (qui est la moyenne de Rm et $Rp_{0.2}$) pour les différentes conditions de traitement thermique. Ces figures permettent de tirer les conclusions suivantes :

- La résistance mécanique et la limite d'élasticité présentent sensiblement les mêmes variations avec les conditions de traitement thermique.
- Pour toutes les conditions de revenu, la résistance augmente avec la vitesse de refroidissement (tableau 3.4). Cette augmentation est surtout marquée pour le refroidissement à $8000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$.

| Température de revenu ($^\circ\text{C}$) | Durée du revenu (h) | K | Vitesse de refroidissement ($^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | | | |
|---|------------------------|-------|---|-----|------|------|
| | | | 150 | 800 | 2000 | 8000 |
| 640 | 1 | 18.26 | — | — | 0 | 23 |
| 610 | 6 | 19.25 | 0 | 10 | 21 | 49 |
| 640 | 6 | 19.90 | 0 | 14 | 17 | 30 |
| 660 | 6 | 20.33 | 0 | 14 | 28 | 49 |
| 640 | 20 | 21.00 | 0 | 31 | 28 | 40 |

TABLE 3.4 – Écarts de limite d'écoulement (en MPa) par rapport à la vitesse de refroidissement $150\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ pour chaque condition de revenu (sauf pour la durée de revenu d'1 h pour laquelle la vitesse de refroidissement de $2000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ est utilisée).

- Pour une même vitesse de trempe et pour un revenu durant 6 h, l'augmentation de la température du revenu entraîne la diminution des propriétés en traction. Pour une même vitesse de trempe et pour un revenu à $640\text{ }^\circ\text{C}$, l'augmentation de la durée du revenu provoque une diminution des propriétés. De manière plus générale, l'augmentation du paramètre de revenu entraîne une diminution de la résistance du matériau (Tableau 3.5), jusqu'à 60-70 MPa.

| Vitesse de refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Température de revenu ($^{\circ}\text{C}$) | Durée du revenu (h) | | |
|--|---|---------------------|-----|-----|
| | | 1 | 6 | 20 |
| 150 | 610 | – | 21 | – |
| 150 | 640 | – | 0 | –38 |
| 150 | 660 | – | –25 | – |
| 800 | 610 | – | 27 | – |
| 800 | 640 | – | 0 | –21 |
| 800 | 660 | – | –27 | – |
| 2000 | 610 | – | 33 | – |
| 2000 | 640 | 23 | 0 | –29 |
| 2000 | 660 | – | –15 | – |
| 8000 | 610 | – | 50 | – |
| 8000 | 640 | 33 | 0 | –30 |
| 8000 | 660 | – | –7 | – |

TABLE 3.5 – Écarts de limite d'écoulement (en MPa) par rapport au revenu "standard" (640°C pendant 6 h) pour chaque vitesse de trempe.

- L'augmentation de la vitesse de refroidissement semble s'accompagner, lors du passage d'un revenu de 6 h à 610°C à un revenu de 6 h à 640°C , d'une variation plus importante des propriétés comparée au passage de 640°C à 660°C pour la même durée. Cette perte de sensibilité progressive n'est pas relevée pour les variations de la durée de revenu.
- Les deux microstructures les moins revenues issues du refroidissement à $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ sont particulièrement résistantes. Les autres microstructures sont relativement proches les unes des autres, ce qui est cohérent avec leurs microstructures similaires.
- Les microstructures issues du refroidissement à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ présente une sensibilité au revenu aussi importante que les autres microstructures malgré la présence d'une quantité importante de ferrite proeutectoïde en principe peu sensible au revenu. Cela est peut-être dû à l'évolution des zones riches en carbone (ex-zone d'austénite résiduelle ou composé MA).

2.1.2 Propriétés en ductilité

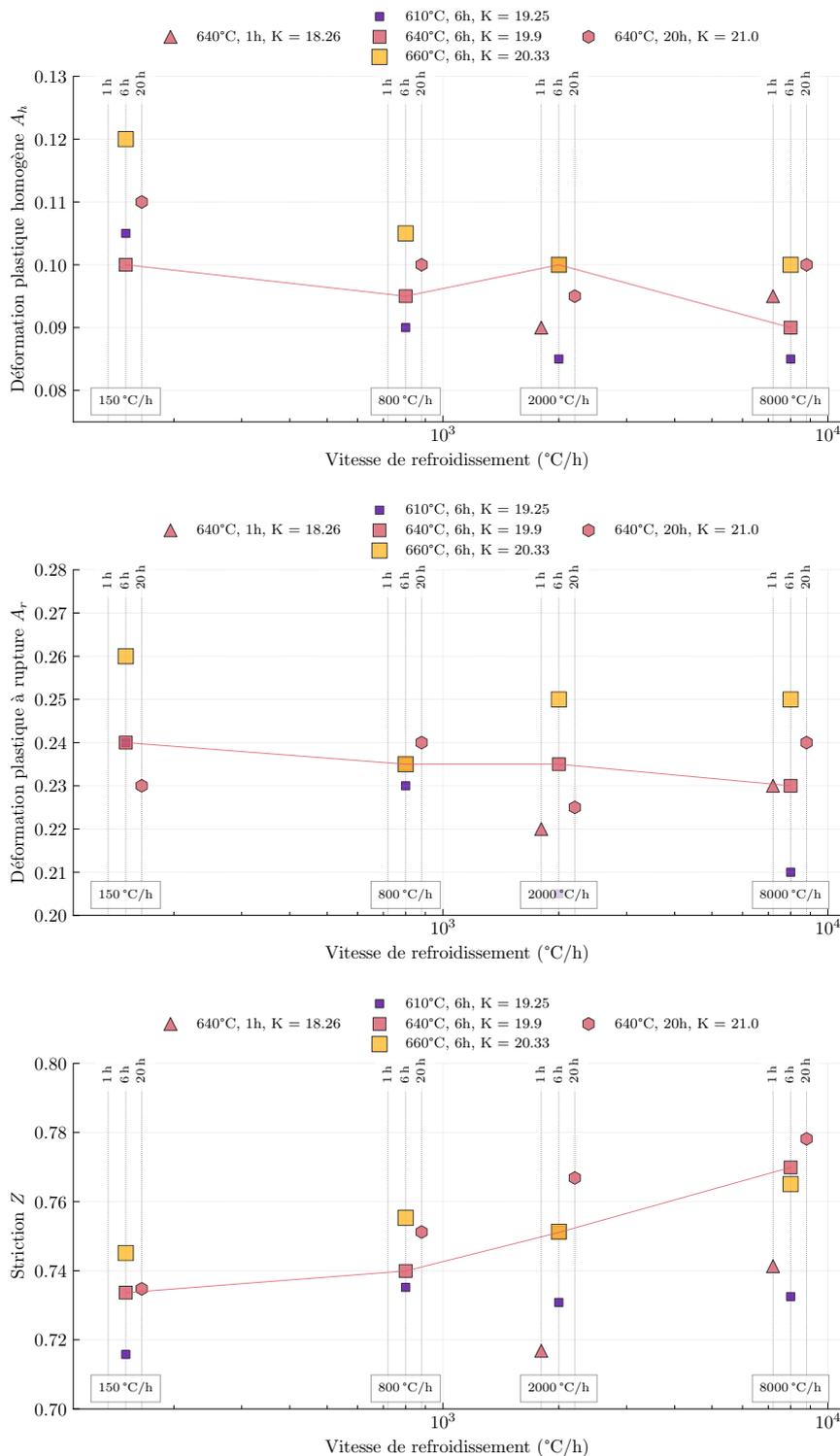


FIGURE 3.25 – Évolution de l’allongement plastique homogène A_h , de l’allongement plastique à rupture A_r et de la striction Z à température ambiante en fonction des différents paramètres de traitement thermique. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l’abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés.).

Les variations de la déformation plastique (allongements) homogène et à rupture ainsi que celles de la striction sont présentées sur la figure 3.25. Les valeurs sont très rapprochées à l'exception de celles issues du refroidissement à $150\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ qui sont plus élevées, peut-être grâce à la présence de ferrite proeutectoïde. Ces résultats ne font pas apparaître de tendance marquée et il semble que le traitement thermique a relativement peu d'impact sur cette propriété dans la gamme de paramètres étudiés. L'effet le plus marqué est celui de la température de revenu pour les deux vitesses de refroidissement les plus hautes, l'augmentation de la température conduit à une augmentation de l'allongement à rupture.

Concernant la striction nous présentons les variations à la figure 3.25, les résultats sont similaires. Il semble se dégager une faible tendance à la hausse avec la vitesse de refroidissement. Nous pouvons également remarquer un effet plus marqué de la durée du revenu que pour l'allongement à rupture : notamment pour les vitesses de refroidissement élevées, l'augmentation de la durée du revenu entraîne la hausse de la striction.

Les valeurs conventionnelles en traction sont cohérentes avec les évolutions microstructurales observées. L'augmentation de la vitesse de trempe affine la microstructure et permet notamment d'améliorer la résistance du matériau. Le revenu, qui entraîne surtout la décomposition des composés MA et le grossissement des carbures va quant à lui faire diminuer la résistance du matériau. Les propriétés en termes de ductilité du matériau sont relativement peu impactées par le traitement thermique.

2.2 Variations des propriétés en résilience

La transition ductile-fragile de chaque traitement thermique a été déterminée à l'aide de 15 éprouvettes Charpy standard. Le lecteur trouvera la méthode expérimentale, d'ajustement des données et les courbes de transition individuelles en annexe 1. La figure 3.28 illustre la variabilité observée entre les traitements thermiques. Nous nous intéresserons surtout aux températures de transition et à l'énergie au palier ductile. Les températures de transition conventionnelles (T28J, T41J, T56J et T68J) sont très fortement corrélées (voir figure 3.26). Nous nous limiterons donc à présenter les variations de la température de transition à 41 J, *T41J*. Cette température de transition est un index largement utilisé à l'international. On peut noter également que, d'après l'étude de MARINI (2020) sur les incertitudes associées à la détermination des transitions ductile-fragile d'un acier de type 16MND5, T41J est la température de transition la moins sensible, en termes d'incertitude, au nombre d'essais réalisés et à la position des températures d'essai par rapport à la transition "réelle" du matériau.

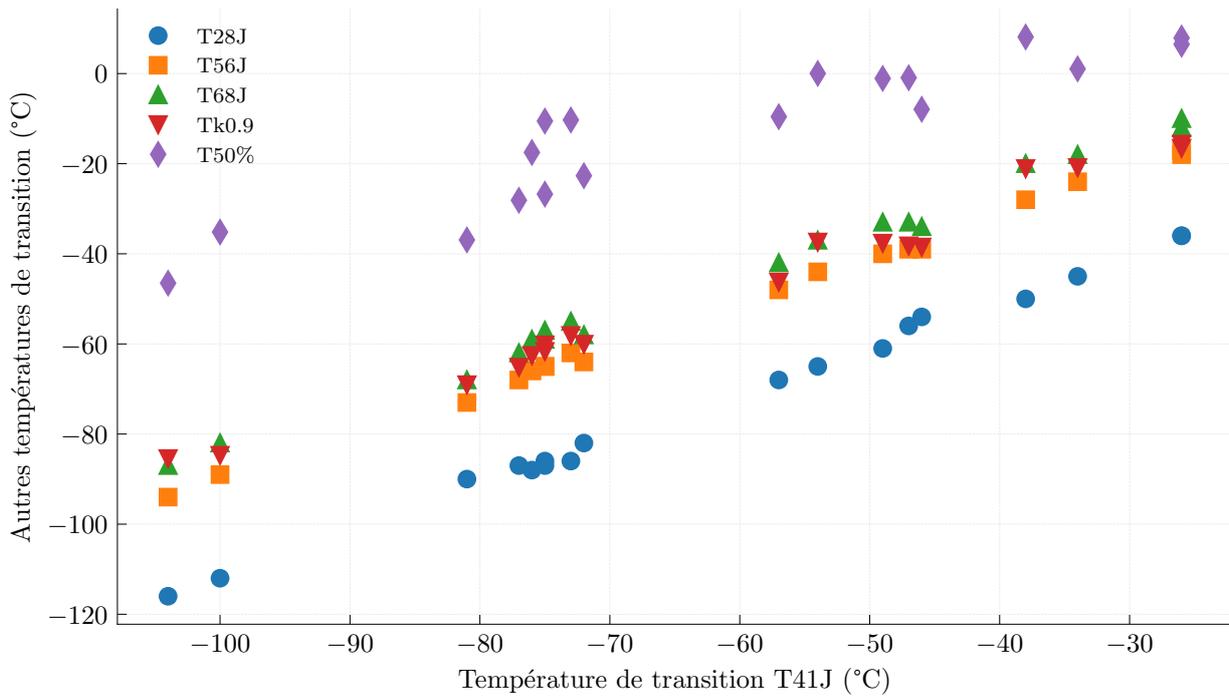


FIGURE 3.26 – Relation entre les différentes températures de transition.

Les résultats qui sont présentés doivent néanmoins être considérés avec recul. Le faible nombre d'éprouvettes utilisé pour la détermination des transitions (15 par traitement thermique) fait que l'ajustement réalisé est incertain (voir figure 3.27). Ainsi que le montre MARINI (2020), les incertitudes sur la transition ductile-fragile décroissent avec le nombre d'essais suivant une relation du type $u(T_k) = \frac{\alpha_k}{\sqrt{N}}$ où N est le nombre d'essais, $u(T_k)$ l'incertitude associée à la température de transition T_k et α_k une constante. Par ailleurs, la position (en température) des essais sur la transition a également un impact, d'où les incertitudes certainement conséquentes des valeurs déterminées dans notre étude. Nous pourrions retenir que dans le cas de l'étude de MARINI (2020) où le matériau présente une dispersion beaucoup plus importante que le matériau de thèse, l'incertitude typique est de l'ordre de 10°C pour la température de transition T_{41J} . Cela a pour conséquence que des différences de température de transition de l'ordre de la dizaine de degrés ne sont pas significatives.

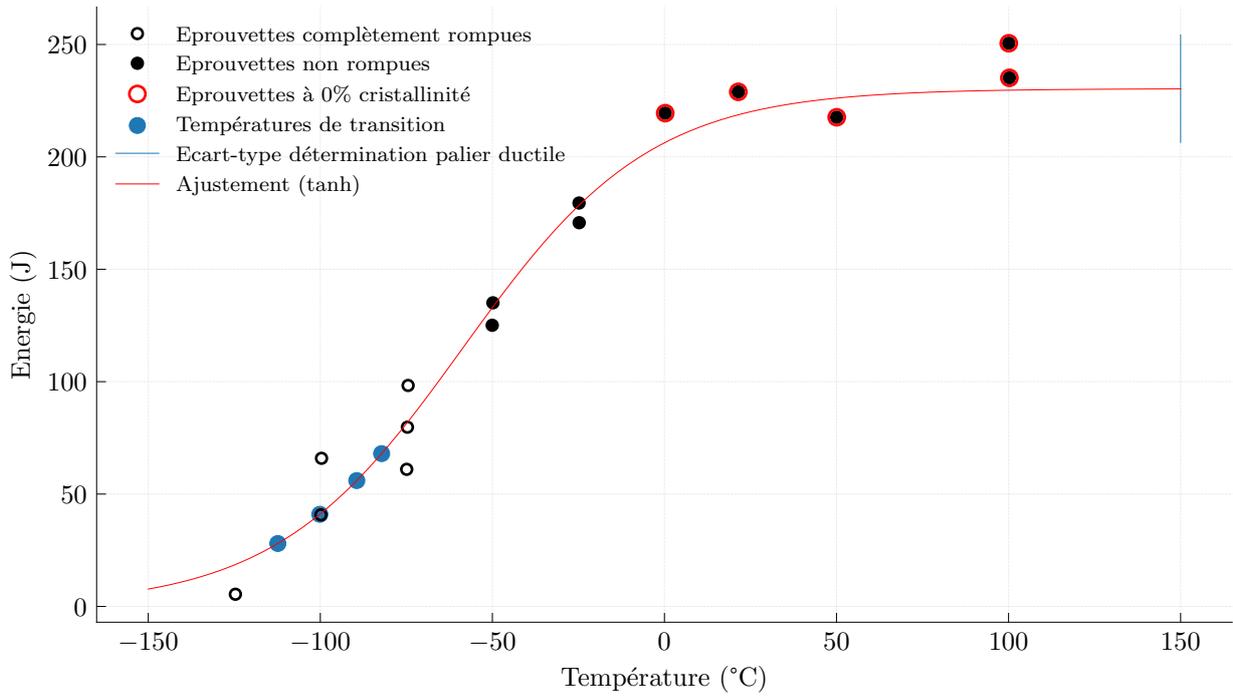


FIGURE 3.27 – Points expérimentaux et courbe de transition en énergie absorbée pour la microstructure issue du refroidissement à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 6 h.

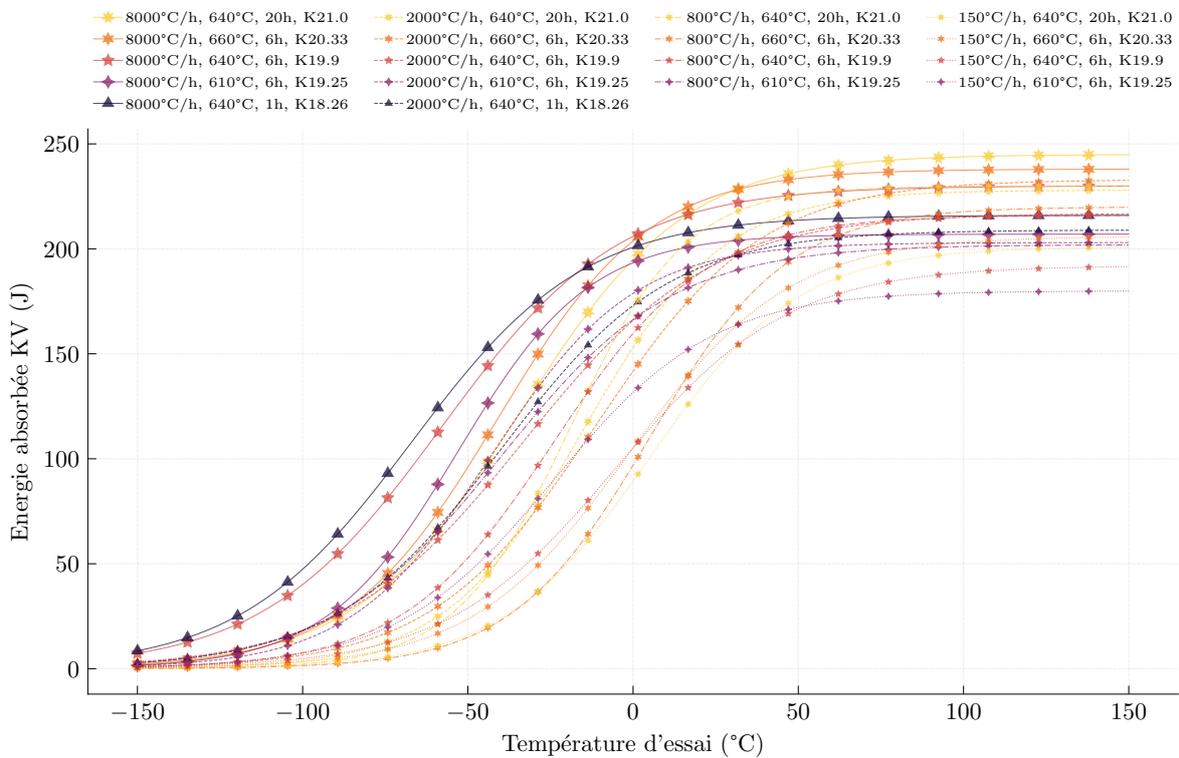


FIGURE 3.28 – Transitions ductile-fragile déterminées pour l'ensemble des traitements thermiques pour un même matériau d'origine. Les points sur les courbes ont été placés pour différencier les différents traitements thermiques et ne représentent pas les points expérimentaux.

2.2.1 Évolution de l'énergie au palier fragile

L'ajustement des transitions donne une valeur d'énergie au palier fragile nulle (dans 16 cas sur 18) ou très faible (3 J ou 6 J pour les deux cas restants). La valeur du palier est donc faible et semble être indépendante de la microstructure, du moins dans les conditions de l'étude où peu d'essais ont été réalisés à très basse température (à des températures bien inférieures à T_{28J}). L'indépendance du palier fragile envers le traitement thermique est en accord avec les données bibliographiques : dans le domaine fragile, l'énergie absorbée par le matériau correspond à l'énergie dissipée lors de la séparation des plans cristallographiques et à l'énergie dissipée lors du franchissement des barrières microstructurales. Or ces énergies sont peu dépendantes de la microstructure tant que la rupture est fragile et restent très négligeables devant l'énergie qui peut être dissipée par la plasticité, d'où l'apparente indépendance de l'énergie absorbée au palier fragile dans le cas des courbes de transition. Pour la comparaison des températures de transition qui va suivre, l'ajustement a été refait en fixant la valeur du palier fragile à 0 J.

2.2.2 Évolution de l'énergie au palier ductile

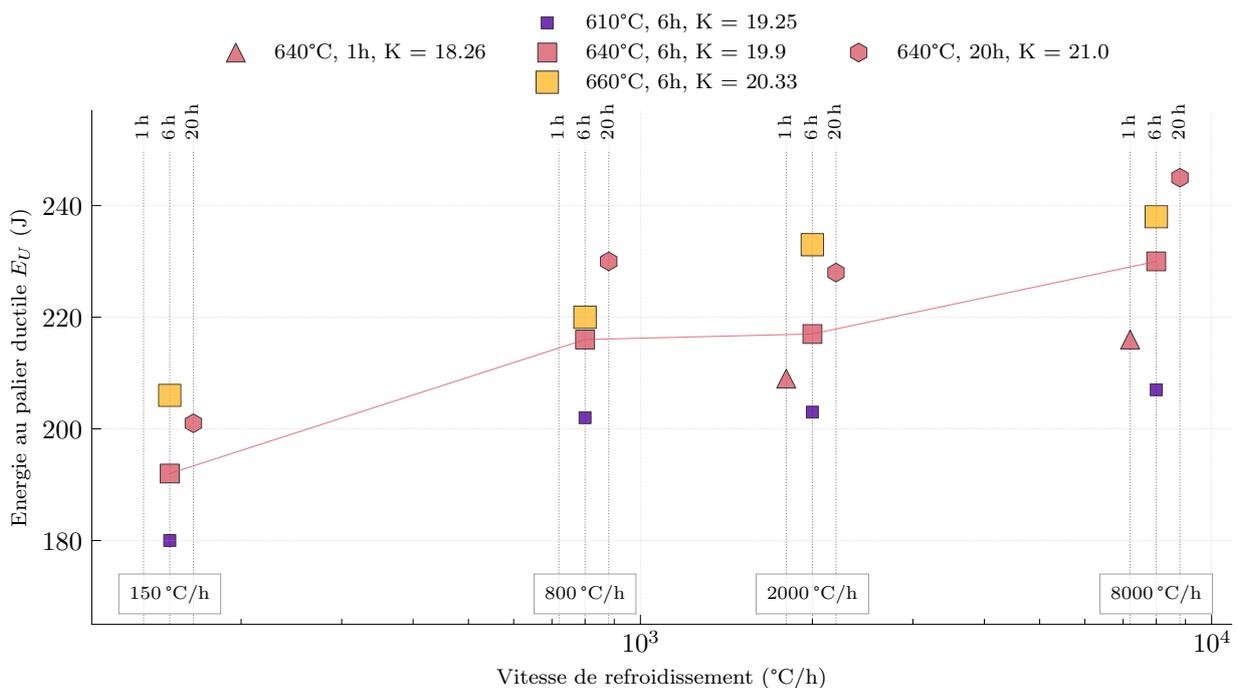


FIGURE 3.29 – Évolution de l'énergie absorbée au palier ductile en fonction des différents paramètres de traitement thermique. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés).

Contrairement au palier fragile, l'énergie absorbée au palier ductile a pour origine la déformation plastique du matériau. Elle est très dépendante du comportement et de la microstructure et en particulier, de la propreté inclusionnaire. Dans le cas présent, l'ajustement de la transition a été réalisé en fixant l'énergie du palier ductile à la moyenne des points à 0 % de cristallinité,

c'est-à-dire que nous considérons que le palier est atteint lorsque toute l'éprouvette devient ductile et que l'énergie mesurée alors est une estimation de l'énergie du palier. Ce critère a plusieurs avantages. Pour un matériau homogène et propre comme le nôtre, il permet de réduire le nombre d'essais pour évaluer si le matériau se trouve dans le palier. Cette méthode relie cristallinité et mesure de l'énergie et permet donc d'évaluer la cohérence des essais. Enfin, cette démarche d'ajustement où les paliers ductile et fragile sont fixés permet de déterminer les caractéristiques de chaque zone (paliers et transition) de manière indépendante. Les mécanismes prépondérants qui gouvernent la rupture aux paliers ne sont pas les mêmes que ceux qui prennent place dans la transition et réaliser un ajustement des grandeurs associées à ces zones en même temps n'est pas complètement pertinent avec un nombre limité d'éprouvettes.

La figure 3.29 donne les variations de l'énergie au palier ductile en fonction des paramètres de traitement thermique. Nous pouvons en dégager les tendances suivantes :

- L'augmentation de la vitesse de refroidissement entraîne une augmentation de l'énergie absorbée au palier ductile pour tous les revenus considérés (tableau 3.6).

| Température de revenu (°C) | Durée du revenu (h) | K | Vitesse de refroidissement (°C · h ⁻¹) | | | |
|----------------------------------|---------------------------|-------|--|-----|------|------|
| | | | 150 | 800 | 2000 | 8000 |
| 640 | 1 | 18.26 | — | — | 0 | 7 |
| 610 | 6 | 19.25 | 0 | 22 | 23 | 27 |
| 640 | 6 | 19.90 | 0 | 24 | 25 | 38 |
| 660 | 6 | 20.33 | 0 | 14 | 27 | 32 |
| 640 | 20 | 21.00 | 0 | 29 | 27 | 44 |

TABLE 3.6 – Écarts d'énergie absorbée au palier ductile (en J) par rapport à la vitesse de refroidissement 150 °C · h⁻¹ pour chaque condition de revenu, à l'exception du revenu à 640 °C pendant 1 h.

- L'augmentation de la température ou de la durée de revenu entraîne également une augmentation de l'énergie absorbée au palier (tableau 3.7).

| Vitesse de refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | Température de revenu ($^{\circ}\text{C}$) | Durée du revenu (h) | | |
|--|---|---------------------|-----|----|
| | | 1 | 6 | 20 |
| 150 | 610 | — | -12 | — |
| 150 | 640 | — | 0 | 9 |
| 150 | 660 | — | 14 | — |
| 800 | 610 | — | -14 | — |
| 800 | 640 | — | 0 | 14 |
| 800 | 660 | — | 4 | — |
| 2000 | 610 | — | -14 | — |
| 2000 | 640 | -8 | 0 | 11 |
| 2000 | 660 | — | 16 | — |
| 8000 | 610 | — | -23 | — |
| 8000 | 640 | -14 | 0 | 15 |
| 8000 | 660 | — | 8 | — |

TABLE 3.7 – Écarts d’énergie absorbée au palier ductile (en J) par rapport au revenu “standard” (640 $^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h) pour chaque vitesse de refroidissement.

— Le matériau refroidi à 8000 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ semble présenter une sensibilité au revenu légèrement plus importante que les autres conditions : le passage de 610 $^{\circ}\text{C}$ à 640 $^{\circ}\text{C}$ ou de 1 h à 6 h provoque une variation plus importante des propriétés (voir tableau 3.7).

Les variations de résilience au sein d’une même pièce épaisse, par exemple entre la peau du matériau (traitement thermique 8000 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 $^{\circ}\text{C}$ – 20 h) et le centre (traitement thermique 150 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 $^{\circ}\text{C}$ – 6 h) peuvent être donc particulièrement prononcées, 55 J dans le cas présenté (sur la figure 3.29). Aucune sensibilité particulière de certaines microstructures au revenu ne semble se dégager particulièrement au vu des résultats. Il faudrait éventuellement déterminer les transitions avec un plus grand nombre d’essais pour obtenir une meilleure précision dans la détermination des grandeurs et confirmer les écarts observés.

2.2.3 Évolution de la température de transition avec les conditions de traitement thermique

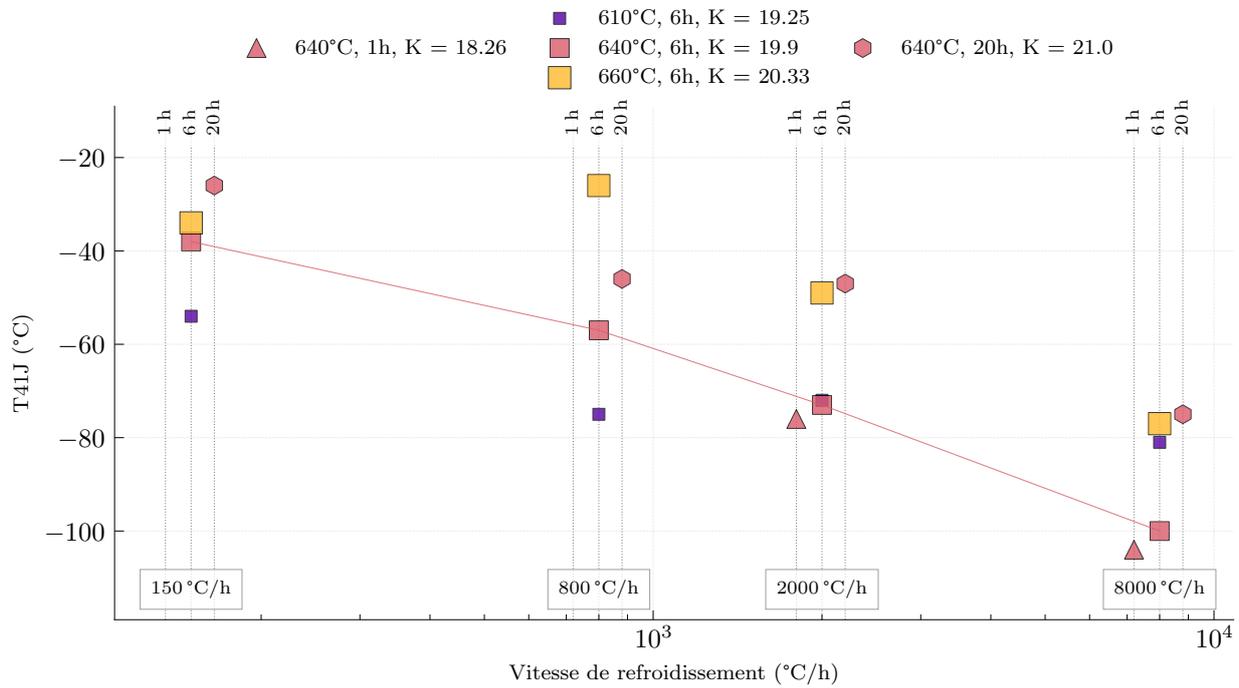


FIGURE 3.30 – Évolution de la température de transition T_{41J} en fonction des différents paramètres de traitement thermique à température ambiante. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés).

La figure 3.30 donne les variations de la température de transition T_{41J} en fonction des différents paramètres de traitement thermique. Nous observons ici deux effets opposés. Alors que l'augmentation de la vitesse de trempe tend à faire diminuer la température de transition (tableau 3.8), l'augmentation de la durée de revenu entraîne une augmentation de la température de transition (tableau 3.9). L'effet de la température de revenu est difficile à identifier, il semble y avoir une corrélation positive entre les deux grandeurs mais une forte dispersion de celles-ci. Cependant, après les refroidissements plus rapides, la température de transition du revenu à 610 °C pendant 6 h dépasse la température pour un revenu à 640 °C pour la même durée ; de plus la température de transition à 150 °C · h⁻¹ pour un revenu à 660 °C pendant 6 h semble basse au vu des valeurs observées pour les autres vitesses de refroidissement à la même condition de revenu. Pour les refroidissements à 2000 °C · h⁻¹ et 8000 °C · h⁻¹, pour un revenu de 6 h, il semble que la température 640 °C soit un optimum.

| Température de revenu (°C) | Durée du revenu (h) | K | Vitesse de refroidissement (°C · h ⁻¹) | | | |
|----------------------------|---------------------|-------|--|-----|------|------|
| | | | 150 | 800 | 2000 | 8000 |
| 640 | 1 | 18.26 | – | – | 0 | –28 |
| 610 | 6 | 19.25 | 0 | –21 | –18 | –27 |
| 640 | 6 | 19.90 | 0 | –30 | –35 | –62 |
| 660 | 6 | 20.33 | 0 | 8 | –15 | –43 |
| 640 | 20 | 21.00 | 0 | –20 | –21 | –49 |

TABLE 3.8 – Écart de température de transition T_{41J} (en °C) par rapport à la vitesse de refroidissement 150 °C · h⁻¹ pour chaque condition de revenu.

| Vitesse de refroidissement (°C · h ⁻¹) | Température de revenu (°C) | Durée du revenu (h) | | |
|--|----------------------------|---------------------|-----|----|
| | | 1 | 6 | 20 |
| 150 | 610 | – | –16 | – |
| | 640 | – | 0 | 12 |
| | 660 | – | 4 | – |
| 800 | 610 | – | –7 | – |
| | 640 | – | 0 | 22 |
| | 660 | – | 42 | – |
| 2000 | 610 | – | 1 | – |
| | 640 | –3 | 0 | 26 |
| | 660 | – | 24 | – |
| 8000 | 610 | – | 19 | – |
| | 640 | –4 | 0 | 25 |
| | 660 | – | 23 | – |

TABLE 3.9 – Écart de température de transition T_{41J} (en °C) par rapport au revenu “standard” (640 °C pendant 6 h) pour chaque vitesse de refroidissement.

De même que pour le palier, les variations de température de transition au sein d’une même pièce épaisse, par exemple entre la peau du matériau (traitement thermique 8000 °C · h⁻¹ –640 °C –20 h) et le centre (traitement thermique 150 °C · h⁻¹ –640 °C –6 h) peuvent donc atteindre 20 °C. Nous noterons ici l’effet positif du revenu qui réduit la différence entre la surface et la mi-épaisseur du matériau causée par la différence de refroidissement.

2.2.4 Dispersion des résultats d'essais dans la transition

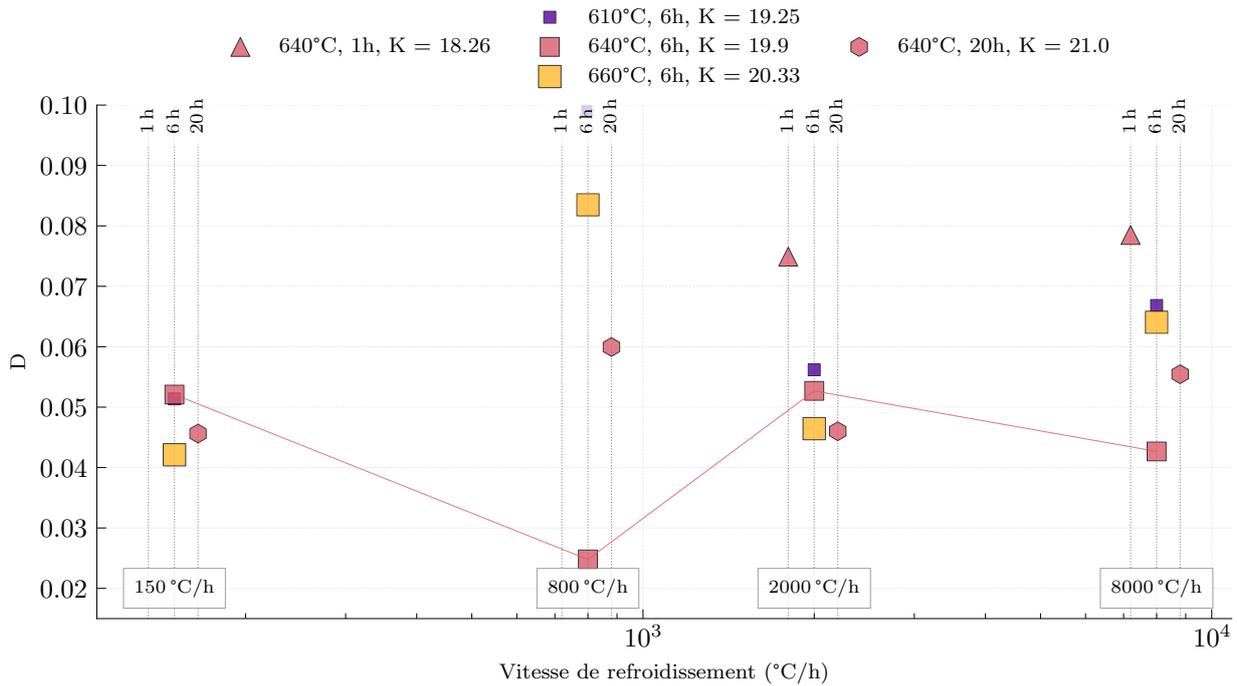


FIGURE 3.31 – Évolution de l'indicateur D en fonction des différents paramètres de traitement thermique. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés).

La dispersion des résultats dans la transition ductile-fragile est un aspect peu étudié de l'évaluation de la résilience. Pourtant, cette dispersion a pour origine la superposition de deux modes de rupture différents et peut-être de plusieurs amorçages de la rupture fragile. Elle est révélatrice de l'homogénéité du matériau et donc une grandeur d'intérêt pour les industriels.

Nous proposons d'évaluer ici la dispersion de la transition en déterminant la moyenne des écarts des mesures expérimentales avec l'ajustement pour les points dont la température est comprise dans la transition. Pour déterminer ces points, nous avons choisi les points dont la température est comprise entre 5 et 95% du palier ductile. Nous noterons que cet intervalle pourrait être optimisé en se basant sur un très grand nombre d'essais, comme l'étude de MARINI (2020). Afin de rendre les résultats comparables, cette moyenne est normalisée par l'écart d'énergie entre le palier ductile et le palier fragile. Pour résumer, l'indicateur D correspond à la moyenne des écarts (en valeur absolue) entre les points expérimentaux et l'ajustement, dans l'intervalle de température défini (ici entre 5 et 95% du palier ductile), normalisés par la différence d'énergie du palier fragile et du palier ductile. Plus les points sont dispersés, plus les écarts seront importants, au regard de l'écart entre les paliers, et donc plus l'indicateur D sera grand.

$$D = \frac{\sum_{i \in [T_{5\%}; T_{95\%}]} |E_i(T_i) - E(T_i)|}{n * (E_U - E_L)} \quad (3.1)$$

Les valeurs $T_{5\%}$ et $T_{95\%}$ représentent les températures où l'énergie absorbée, calculée via la fonction ajustée atteint respectivement 5% et 95% de l'énergie au palier ductile et n est le nombre de points qui répondent à ce critère. Les valeurs (T_i, E_i) représentent les points expérimentaux, $E(T)$ l'ajustement en tangente hyperbolique ajusté sur les points et E_U et E_L les énergies aux paliers ductile et fragile.

La figure 3.31 donne les valeurs de cet indicateur en fonction des paramètres de traitement thermique. Les valeurs obtenues montrent que les résultats d'essais sont peu dispersés et proches de la courbe ajustée. Il ne se dégage pas de tendance particulière notable. Cette étude semble indiquer que l'étude de la dispersion des résultats d'essais dans la transition n'est pas pertinente pour mettre en exergue une différence microstructurale particulière.

2.2.5 Évolution de la largeur de la transition

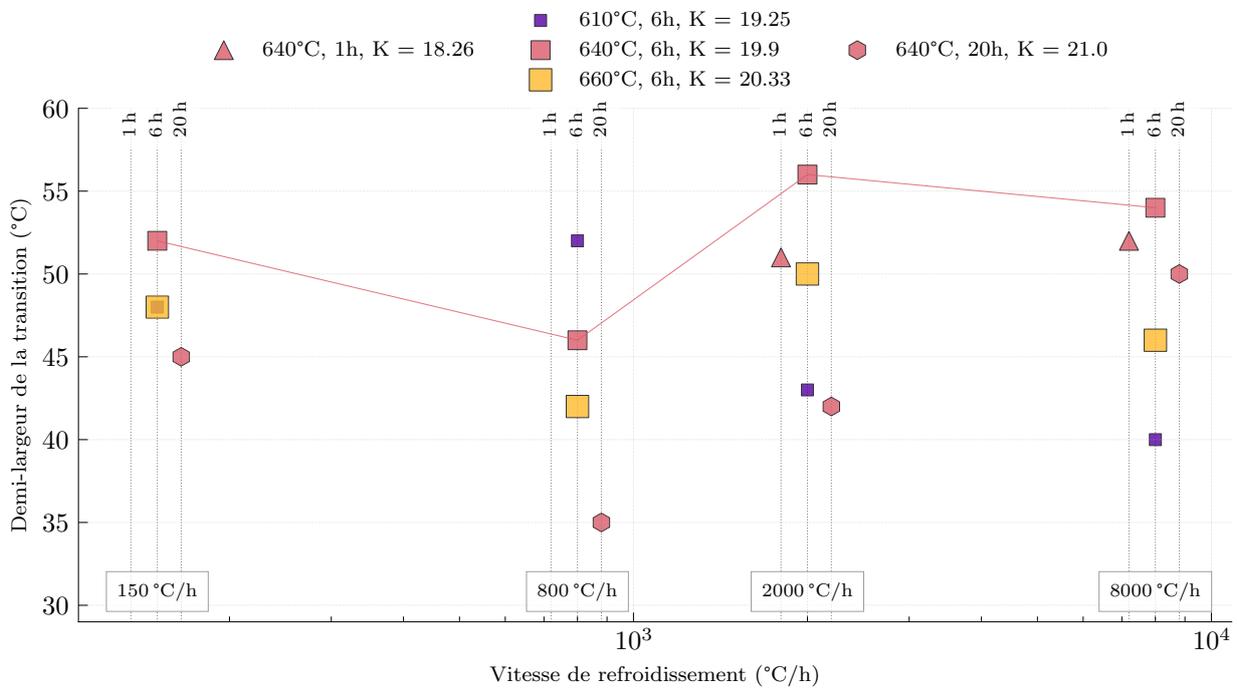


FIGURE 3.32 – Évolution de la demi-largeur de transition T_{hw} en fonction des différents paramètres de traitement thermique. La vitesse de trempe est représentée en abscisse, la température de revenu est représentée par la taille et la couleur des points et la durée du revenu est représentée par un décalage local de l'abscisse et par la forme du point (plus la durée de revenu est importante, plus le polygone a de côtés).

La figure 3.32 donne les variations de la demi-largeur de la transition ductile-fragile T_{hw} (“Half-Width Temperature”). Il s’agit de l’un des paramètres de l’ajustement en tangente hyperbolique fait sur les données expérimentales qui traduit l’étendue, en température, de la transition. Les valeurs pour les différentes vitesses de trempe sont très proches les unes des autres, il ne semble donc pas y avoir d’effet microstructural vraiment marqué contrairement aux températures de transition par exemple. Les grandeurs trouvées sont typiques de celle obtenues pour un acier de ce type (MARINI, 2020). La demi-largeur est d’environ 40-55 °C quel que soit le traitement

thermique. Une augmentation de la durée du revenu semble faire passer cette grandeur par un maximum pour ensuite redescendre. La température de revenu n'a pas d'effet systématique et marqué. Cette grandeur apparaît peu pertinente pour notre étude.

2.3 Variations de la ténacité avec les conditions de traitement thermique

La température T_0 définie par l'approche Master Curve (voire chapitre 1) a été déterminée pour trois traitements thermiques selon les normes ISO 12135 (pour les essais) et ASTM 1921 (pour la détermination de la température T_0). Le détail de la méthode pourra être trouvé en annexe 3. Les traitements thermiques choisis couvrent les variations de transition observées à la figure 3.28 et permettent d'avoir un premier aperçu sur l'effet de la vitesse de refroidissement et de la durée de revenu sur la ténacité. Cette approche nous permet d'obtenir une température de référence que nous pouvons alors comparer avec les températures de transition en résilience. Les graphiques des figures suivantes (3.33, 3.34 et 3.35) exposent les résultats obtenus. Les résultats obtenus sont satisfaisants avec 4 essais réalisés proches de la température T_0 . Le lecteur pourra se référer à la figure 1.35 pour plus d'explications sur ce type d'approche. Pour un même revenu, le passage d'un refroidissement à $150\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ à un refroidissement à $8000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ entraîne une diminution de la température T_0 de $80\text{ }^\circ\text{C}$ environ. Le revenu prolongé de 20 h à $640\text{ }^\circ\text{C}$ semble diminuer la ténacité. Le tableau 3.10 permet de comparer les températures de référence. L'estimation de la norme ASTM ($-34\text{ }^\circ\text{C}$) fonctionne bien pour le refroidissement à $8000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ mais diffère de l'écart prédit pour les autres conditions. Pour chacun, douze éprouvettes de ténacité CT12.5 ont été rompues à trois températures différentes pour déterminer T_0 . Cette étude devra néanmoins être complétée afin de pouvoir complètement identifier les effets du traitement thermique sur la ténacité.

| Refroidissement ($^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | K | T_{41J} ($^\circ\text{C}$) | T_0 ($^\circ\text{C}$) | Différence ($^\circ\text{C}$) |
|---|-------|--------------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| 8000 | 19.90 | -100 | -130 | 30 |
| 2000 | 21.00 | -47 | -56 | 9 |
| 150 | 19.90 | -38 | -51 | 13 |

TABLE 3.10 – Comparaison des températures de référence de chaque type d'essais. Pour rappel, la norme ASTM donne $T_0 = T_{41J} - 34$, comme estimation de la température pour réaliser les essais de ténacité.

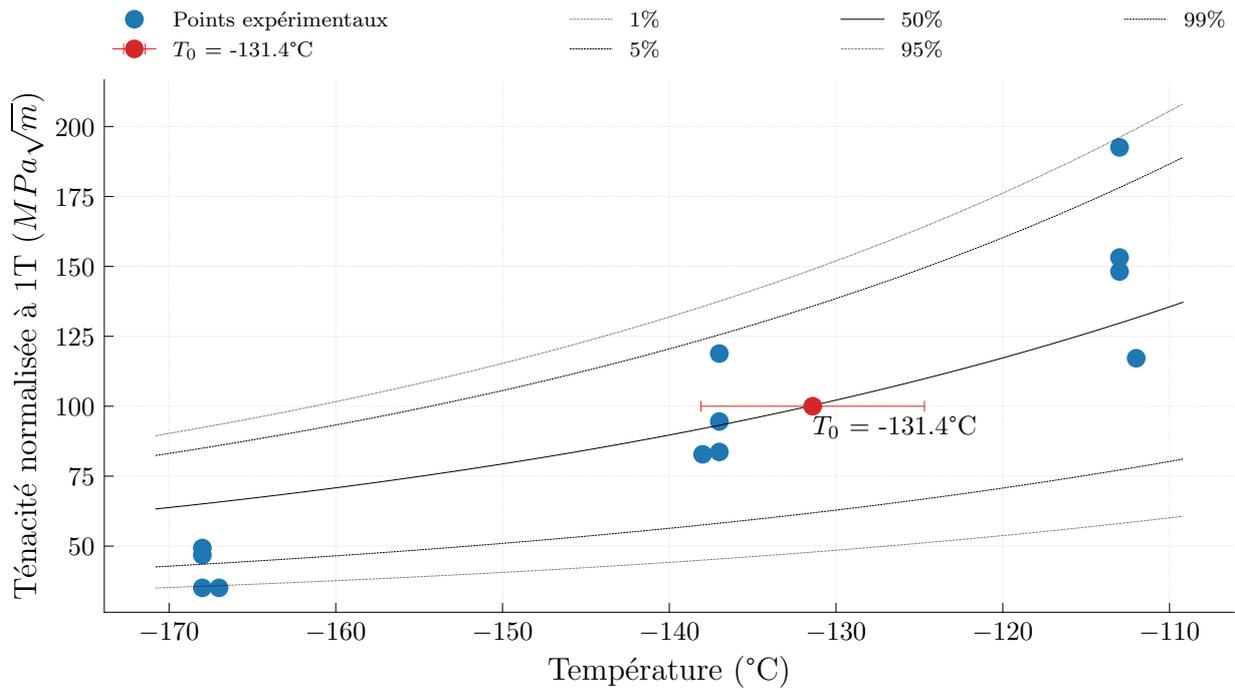


FIGURE 3.33 – Résultats expérimentaux et Master Curve du matériau issu du traitement thermique 8000 °C · h⁻¹ -640 °C -6 h - $K = 19.90$. L'incertitude est déterminée selon la norme ASTM 1820-21.

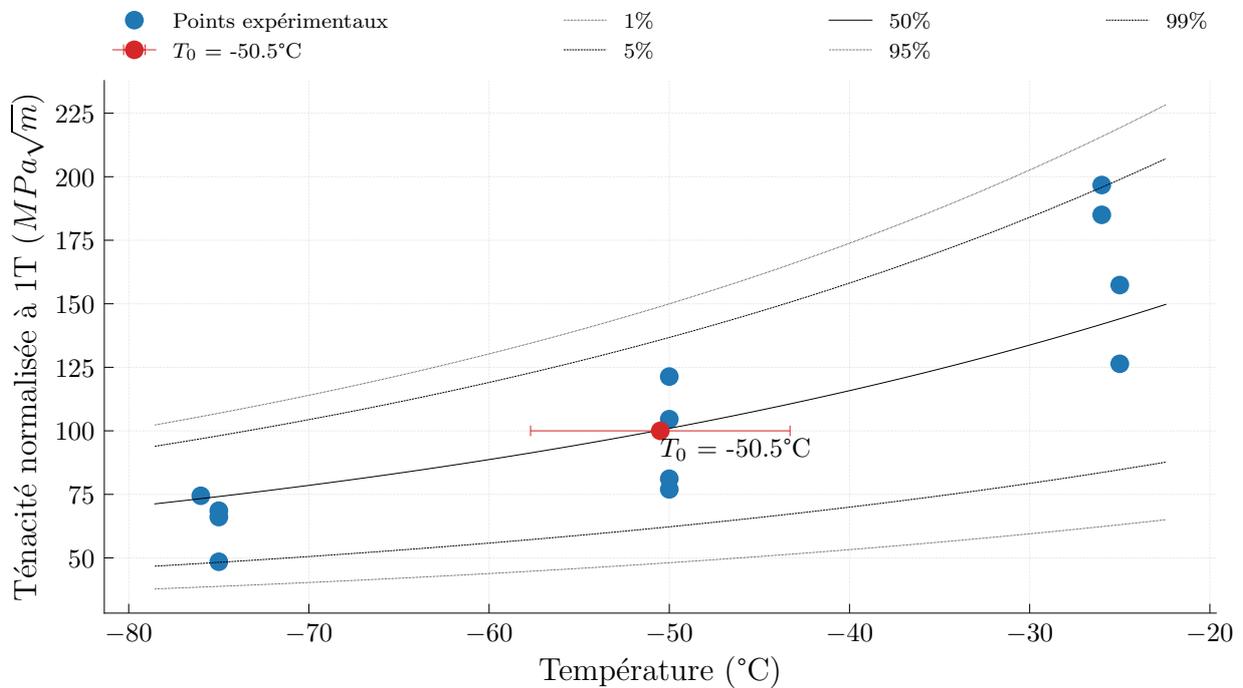


FIGURE 3.34 – Résultats expérimentaux et Master Curve du matériau issu du traitement thermique 150 °C · h⁻¹ -640 °C -6 h - $K = 19.90$. L'incertitude est déterminée selon la norme ASTM 1820-21.

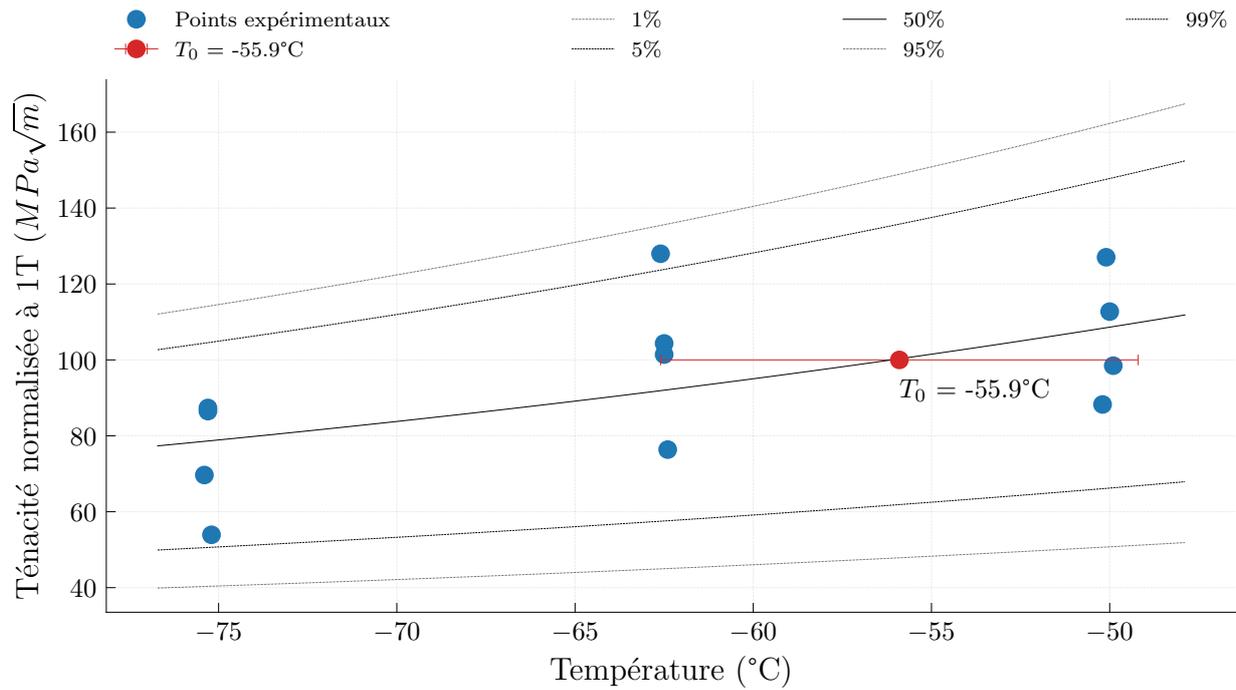


FIGURE 3.35 – Résultats expérimentaux et Master Curve du matériau issu du traitement thermique $2000^{\circ}C \cdot h^{-1} -640^{\circ}C -20 h - K = 21.00$. L'incertitude est déterminée selon la norme ASTM 1820–21.

Conclusions de la section

Dans cette section, nous avons abordé l'effet du traitement thermique sur les propriétés en traction, résilience et ténacité. La base de données expérimentales pourra être complétée à la suite de cette thèse afin d'obtenir un outil de comparaison complet reliant propriétés en traction, en résilience et en ténacité. Cependant, certaines corrélations entre les résultats d'essais peuvent être déjà commentées. La vitesse de refroidissement est le paramètre d'influence au premier ordre des propriétés : la résistance mécanique, le palier ductile, la température de transition et la température T_0 . Le revenu a aussi un effet sur ces propriétés mais de manière moins marquée. Nous aborderons l'effet de la microstructure aux chapitres suivants et nous nous concentrons ici sur les corrélations phénoménologiques entre propriétés macroscopiques.

3 Quelles sont les relations entre les différentes caractéristiques mécaniques ?

Objectifs de la section

Nous disposons d'une base de données expérimentales pour 18 conditions de traitement thermique. L'objectif est ici de croiser ces données afin d'en tirer des corrélations qui peuvent servir d'outils pour les industriels afin de pleinement exploiter les essais mécaniques.

3.1 Relation entre dureté et propriétés en traction

La limite d'élasticité et la résistance mécanique sont toutes les deux fortement corrélées avec la dureté. La figure 3.36 présente les corrélations entre la dureté moyenne et de la résistance mécanique et montre bien la forte corrélation entre ces grandeurs. La relation linéaire ajustée sur ces données est tout à fait cohérente avec les résultats de la littérature, comme ceux de l'étude de PAVLINA et al. (2008) qui ont étudié la relation entre les propriétés en traction (R_m et R_e) et la dureté des aciers. Cette corrélation nous indique que les cartographies de dureté pourraient nous donner une information sur les variations locales du comportement.

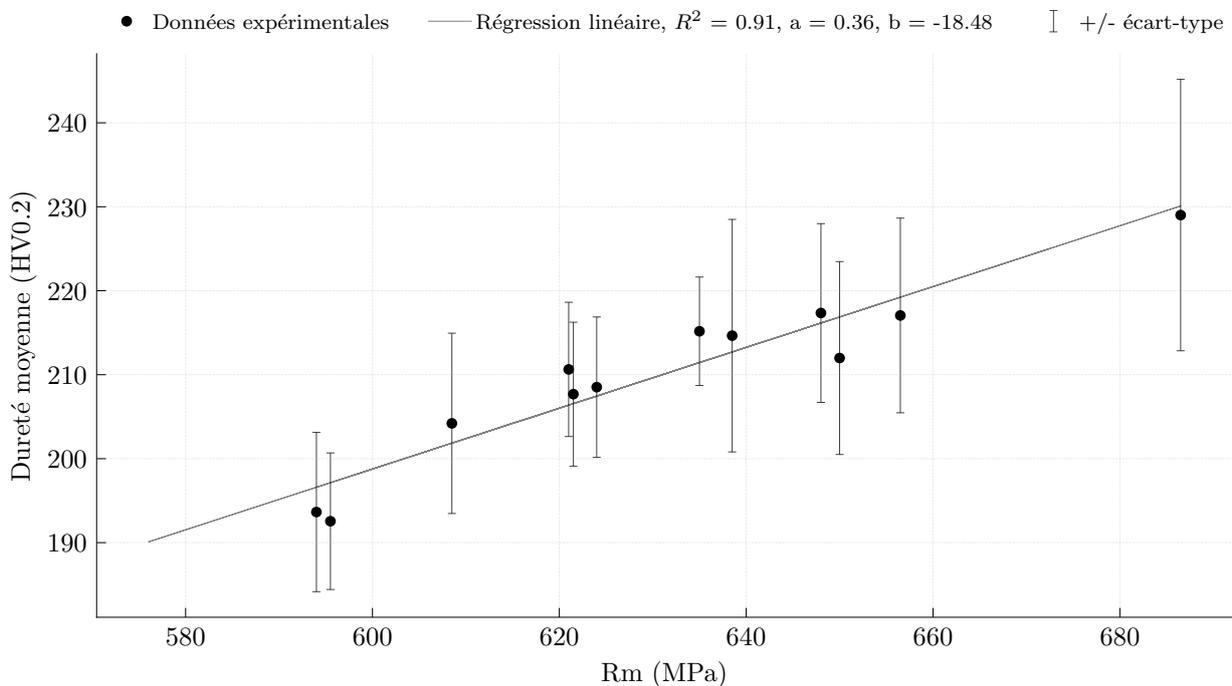


FIGURE 3.36 – Relation entre la résistance mécanique (R_m) et la dureté moyenne du matériau. Les barres horizontales représentent l'écart type de la distribution de dureté.

3.2 Relation entre propriétés en traction et résilience

3.2.1 Corrélations avec l'énergie au palier ductile

Le lien entre les propriétés en traction et les propriétés en résilience est tout particulièrement intéressant, il nous fournit des éléments pour savoir en quoi le comportement uniaxial du matériau impacte les propriétés à rupture. Si le lien entre ductilité et limite d'élasticité avec le palier ductile peut sembler au premier abord assez évident (plus le matériau se déforme à un niveau de contrainte élevé, plus l'énergie absorbée est importante), la relation avec la température de transition reste plus obscure. Les propriétés en résilience du matériau d'étude varient fortement suivant le traitement thermique (notamment la vitesse de refroidissement). Cependant, l'étude de la microstructure révèle de fortes similarités entre les traitements thermiques, que ce soit au niveau des désorientations, de la morphologie des microstructures.

L'énergie absorbée au palier ductile est fortement corrélée avec la striction même si celle-ci varie peu (figure 3.39). Cette corrélation se comprend bien dans la mesure où la striction représente la capacité du matériau à se déformer et à absorber de l'énergie par déformation dans le plan perpendiculaire à la direction de sollicitation, et ce, en grandes déformations. Cette corrélation est également bien illustrée par la dépendance de l'énergie absorbée avec la taille de la déchirure ductile (figure 3.37).

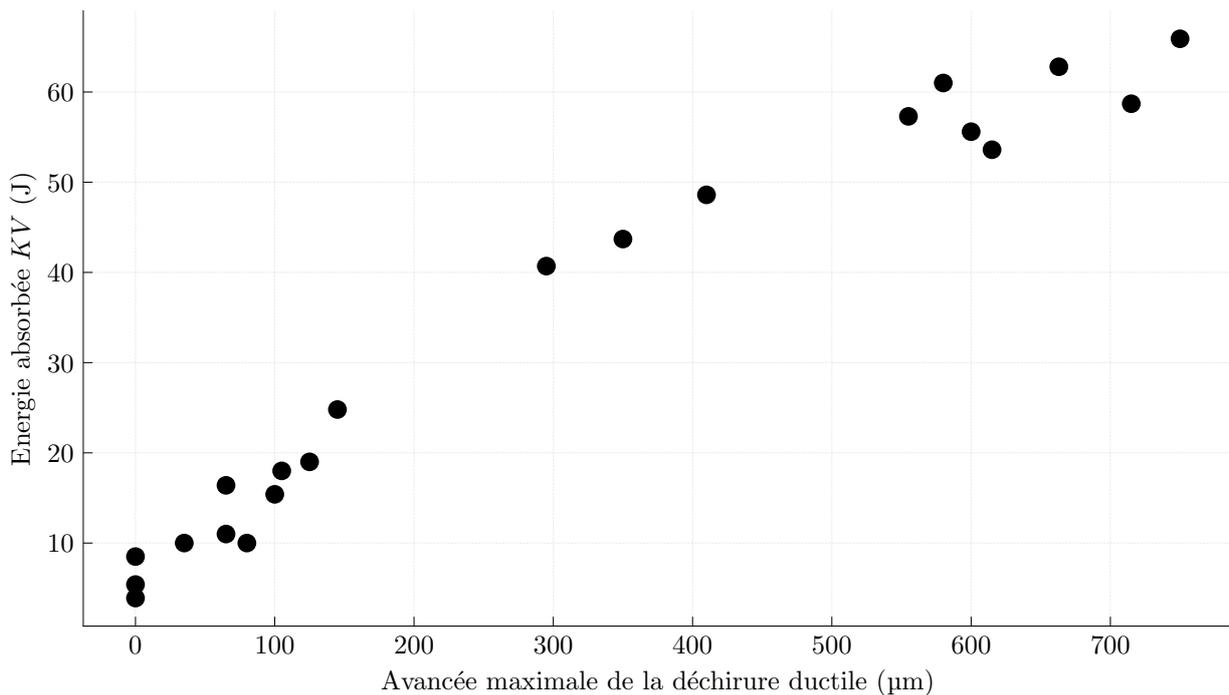


FIGURE 3.37 – Relation entre l'énergie absorbée lors d'un essai de résilience et la taille de la déchirure ductile. Condition de revenu fixée à 640 °C pendant 6 h.

Par ailleurs, l'énergie du palier ductile n'est pas corrélée avec la déformation plastique à rupture ou la déformation plastique homogène. La résistance mécanique, la limite d'élasticité, la limite d'écoulement ou le produit de ces caractéristiques avec la striction sont significativement corrélées avec l'énergie du palier ductile par vitesse de refroidissement (figure 3.40). Les

résistances et la striction impactent directement la capacité du matériau à absorber de l'énergie. Nous pouvons le voir sur la figure 3.38, pour une température fixée et un traitement thermique donné, la différence d'énergie se joue sur la valeur de déplacement (donc de déformation) avant la rupture fragile. Pour un même déplacement à rupture, la différence entre les traitements thermiques se joue au travers de la charge à l'écoulement plastique généralisé F_{gy} , que l'on peut relier approximativement avec la limite d'élasticité.

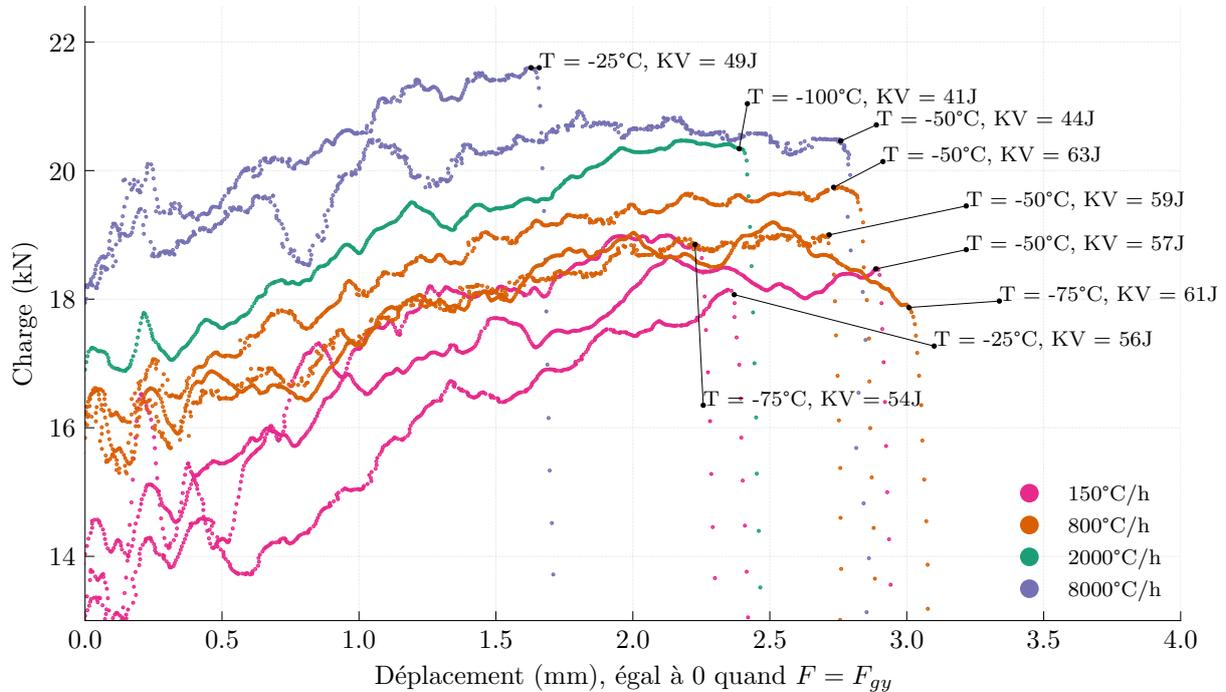


FIGURE 3.38 – Portion de courbes instrumentées en résilience pour différentes vitesses de refroidissement, le revenu est fixé à 640°C pendant 6 h.

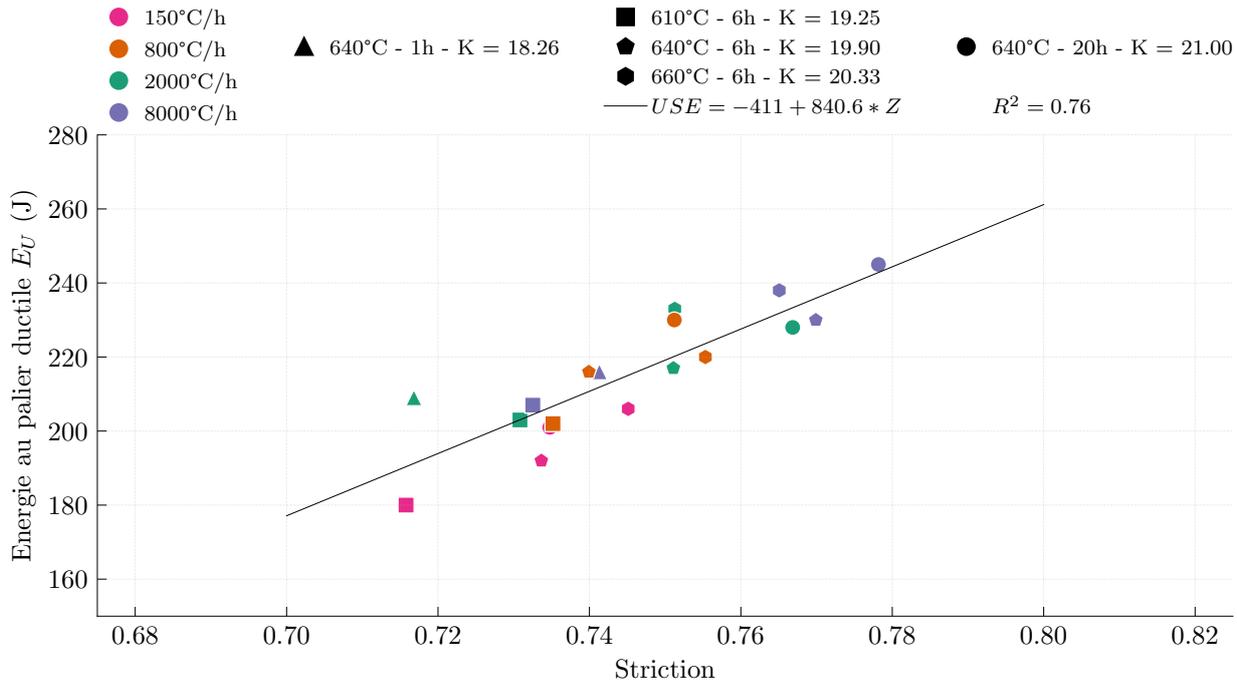


FIGURE 3.39 – Relation entre la striction (Z) et l'énergie absorbée au palier ductile (E_U).

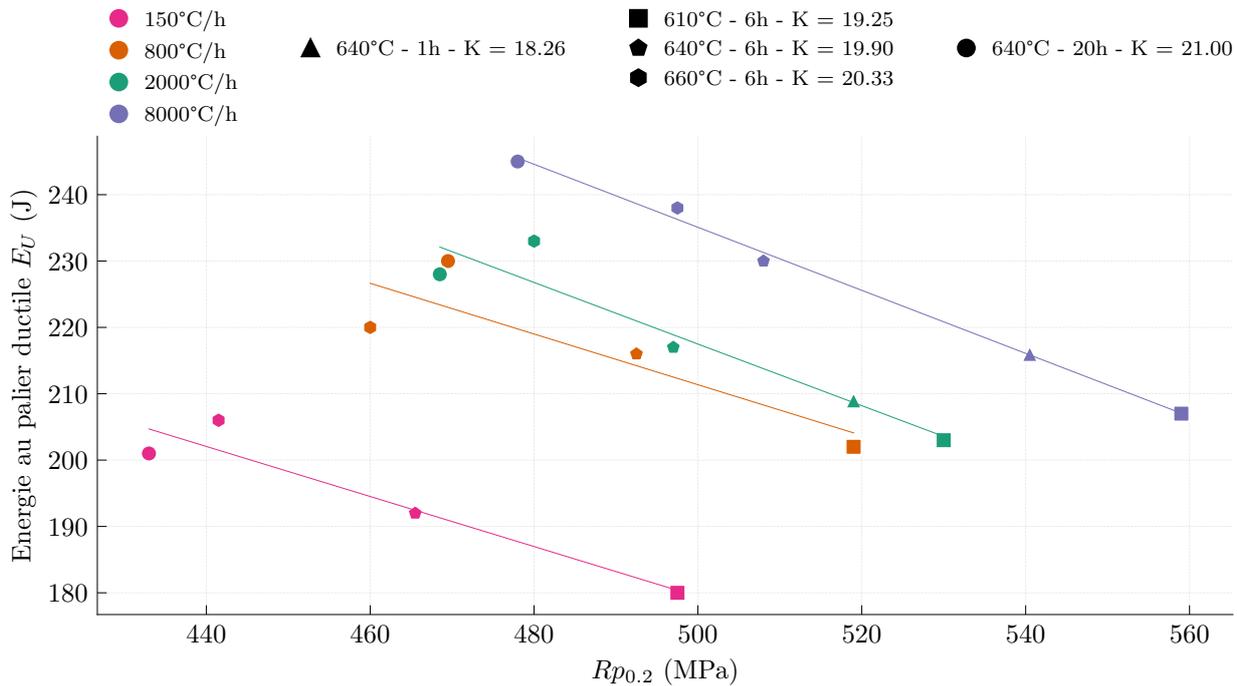


FIGURE 3.40 – L'énergie absorbée au palier ductile (notée ici E_U) en fonction de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$).

3.2.2 Corrélations autour de la température de transition

La température de transition T_{41J} est corrélée avec la limite d'élasticité, comme le montre la figure 3.41. Cette corrélation est difficile à interpréter. Nous pouvons y voir que plus la limite d'élasticité est haute, plus la microstructure est "fine", la contrainte de clivage élevée et

la température de transition basse. Nous noterons que la limite d'élasticité étant corrélée avec la dureté et la résistance à la rupture, cette corrélation s'étend également à ces grandeurs, mais reste moins marquée, dans notre cas, qu'avec la limite d'élasticité.

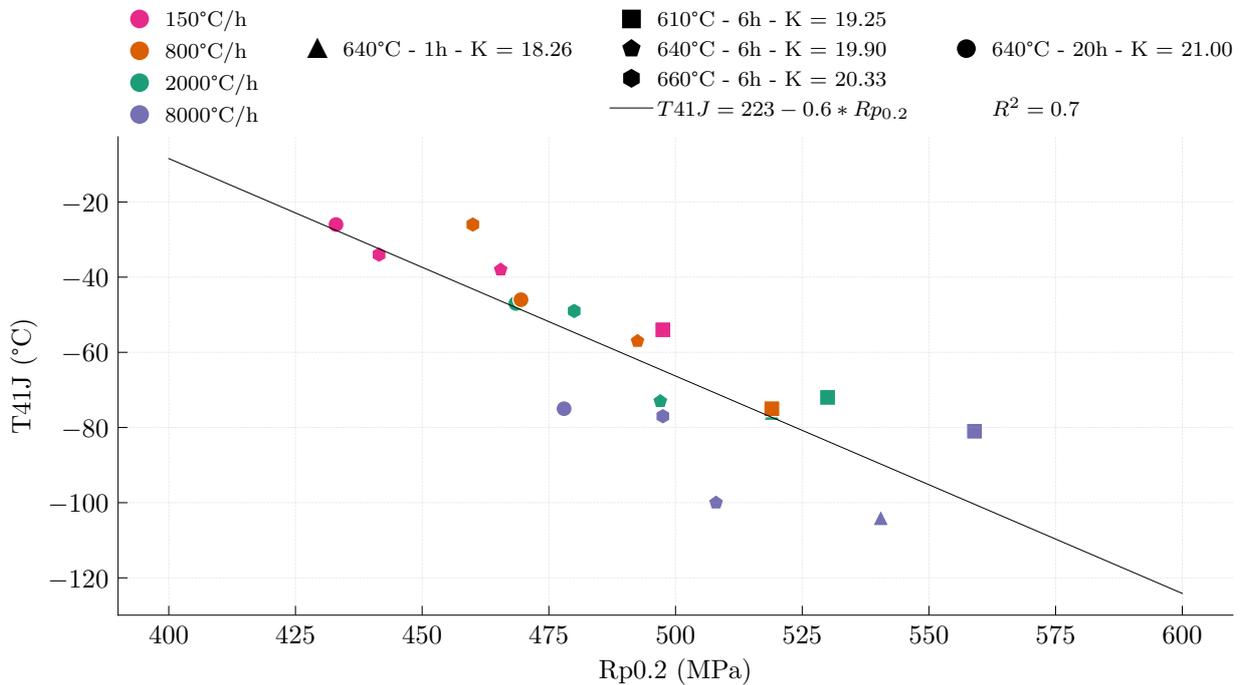


FIGURE 3.41 – Relation entre la température de transition T_{41J} et la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique ($R_{p0.2}$).

3.3 Relation entre ténacité et résilience

La figure 3.42 donne la corrélation entre la température de transition T_{41J} et la température T_0 . Cette première mise en relation devra être étayée avec plus d'essais mais pourrait être prometteuse comme outil pour estimer grossièrement la température T_0 à partir de la détermination de la transition ductile-fragile comme le propose la norme ASTM.

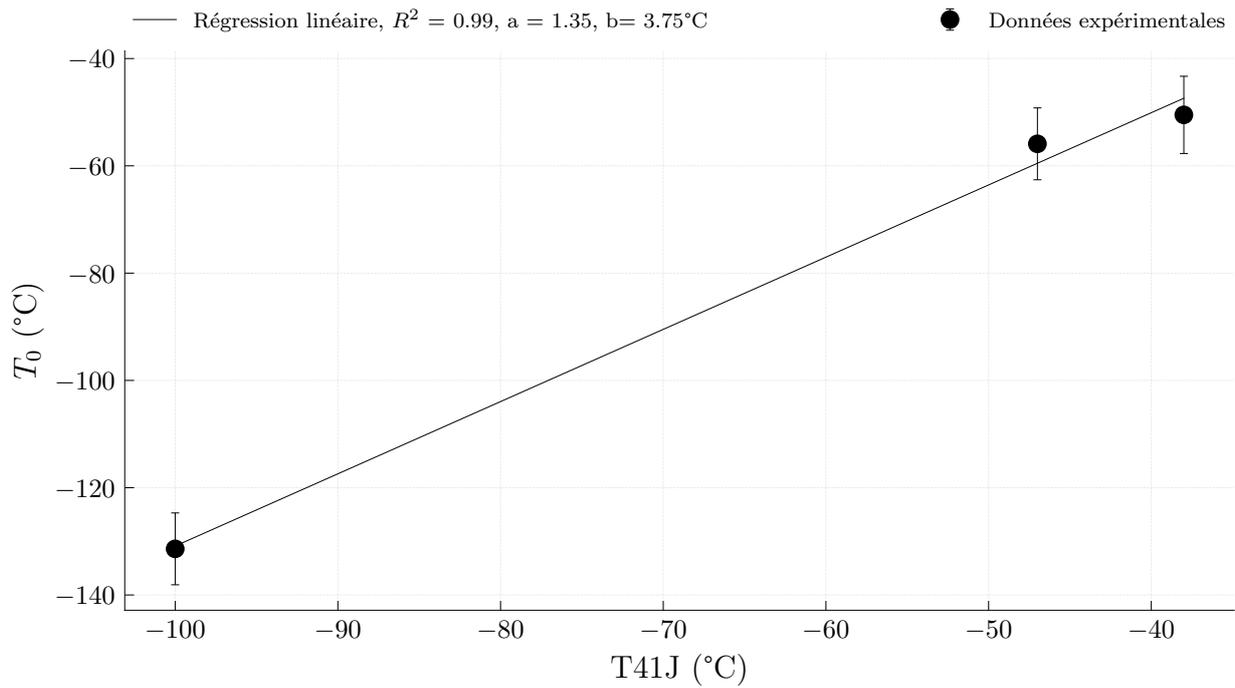


FIGURE 3.42 – Relation entre la température de transition T_{41J} et la température T_0 .

Conclusions de la section

Les corrélations entre certaines grandeurs mécaniques ont pu être mises en lumière. La relation entre la dureté et la résistance mécanique a été vérifiée. L'énergie au palier ductile dépend des propriétés de élastoplastique en grandes déformations, c'est-à-dire la striction et de la résistance du matériau (limite d'élasticité ou résistance mécanique). La température de transition est quant à elle reliée à la limite d'élasticité.

Conclusions

Les propriétés en résilience et en traction des dix-huit traitements thermiques ont été déterminées. La microstructure et la dureté ont également été caractérisées. Toutes les microstructures étudiées sont bainitiques à l'exception des zones ségréguées négativement après refroidissement à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ qui présentent des grains de ferrite proeutectoïde. Les trois grandes familles de bainite (inférieure, supérieure et granulaire) sont présentes et l'augmentation de la vitesse de refroidissement favorise la formation de la bainite supérieure puis inférieure au détriment de la bainite granulaire. Il est difficile d'attribuer un type de bainite à un refroidissement précis, les ségrégations élargissant la gamme de microstructures présentes. Il n'est donc pas possible d'attribuer à une microstructure des propriétés mécaniques précises. Nous remarquerons que la durée et la température de revenu ont en général un effet similaire sur les propriétés. Nous récapitulons les effets du traitement thermique sur les propriétés mécaniques dans le tableau 3.11. Certaines corrélations entre dureté, propriétés en traction, propriétés en résilience et en ténacité ont été mises en exergue. Un travail d'approfondissement serait nécessaire pour confirmer ces corrélations et leurs domaines de validité mais elles pourraient fournir un bon outil d'estimation des propriétés mécaniques et à rupture entre différents types d'essais. Les corrélations identifiées sont :

- Dureté et résistance mécanique
- Limite d'élasticité et température de transition T_{41J}
- Striction et énergie absorbée au palier ductile
- Température de transition T_{41J} et température Master Curve T_0

| Propriété | Vitesse de refroidissement | Température de revenu | Durée de revenu |
|---|----------------------------|-----------------------|------------------|
| Énergie au palier ductile | ++ | ++ | ++ |
| Énergie au palier fragile | ∅ | ∅ | ∅ |
| Température de transition | -- | + | ++ |
| Demi-largeur de la transition | ∅ | ∅ | ∅ |
| Dispersion des valeurs dans la transition | ∅ | ∅ | ∅ |
| Ténacité (température T_0) | -- | N/A | ++ (à confirmer) |
| Dureté moyenne | + | - | - |
| Limite d'élasticité | ++ | -- | -- |
| Résistance mécanique | + | -- | -- |
| Striction | + | ++ | ++ |
| Allongement à rupture | ∅ | + | ∅ |
| Allongement homogène | - | + | + |

TABLE 3.11 – Tableau récapitulatif de l'effet des paramètres de traitement thermique sur les propriétés mécaniques. ++ Corrélation marquée positive. + Tendence positive légère ou non systématique. ∅ aucun effet. - Tendence négative légère ou non systématique. -- Corrélation marquée négative. En rouge, indique une tendance non recherchée (dégradation des propriétés) en vert une tendance recherchée (amélioration des propriétés).

Bibliographie du chapitre 3

- MARINI, B. (2020). « Empirical Estimation of Uncertainties of Charpy Impact Testing Transition Temperatures for an RPV Steel ». *EPJ Nuclear Sciences & Technologies* 6, p. 57. DOI : [10.1051/epjn/2020019](https://doi.org/10.1051/epjn/2020019) (cf. p. 165, 166, 173, 174).
- PAVLINA, E.J. et C.J. VAN TYNE (2008). « Correlation of Yield Strength and Tensile Strength with Hardness for Steels ». *Journal of Materials Engineering and Performance* 17.6, p. 888-893. DOI : [10.1007/s11665-008-9225-5](https://doi.org/10.1007/s11665-008-9225-5) (cf. p. 178).
- ZAJAC, S., V. SCHWINN et K.-H. TACKE (2005). « Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels ». *Materials Science Forum* 500-501, p. 387-394. DOI : [10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387) (cf. p. 150).

Chapitre 4

Détermination des contraintes critiques et modélisation par Approche Locale

Objectifs

Nous avons déterminé les propriétés mécaniques des dix-huit microstructures du plan d'étude. Les transitions ductile-fragile présentent notamment des différences significatives. Pour tenter de comprendre les différences observées, nous allons déterminer les contraintes critiques de certaines microstructures pour étudier si celles-ci sont à l'origine des différences de propriétés observées. Ainsi la contrainte critique dépend-elle de la microstructure ? Les variations de propriétés macroscopiques sont-elles reliées à des contraintes critiques différentes ? L'Approche Locale nous permet-elle de rendre compte des différences ? Ainsi, nous explorons l'aspect mécanique de la rupture fragile tandis que nous en aborderons les aspects physiques au chapitre suivant.

Table des matières

| | | |
|-------|--|-----|
| 1 | Méthode du Load Diagram : évaluation des contraintes critiques de clivage pour les essais de résilience | 189 |
| 1.1 | Présentation de la méthode d'estimation de la contrainte critique de clivage à l'aide du Load Diagram | 189 |
| 1.2 | Déclinaison de la méthode aux résultats expérimentaux | 192 |
| 2 | Campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées, détermination des contraintes critiques de clivage | 197 |
| 2.1 | Campagne d'essais | 197 |
| 2.1.1 | Conditions d'essai | 197 |
| 2.1.2 | Résultats d'essai | 199 |
| 2.2 | Estimation des contraintes critiques par la méthode des éléments finis | 205 |
| 2.2.1 | Paramétrage de la simulation et identification des lois de comportement | 205 |
| 2.2.2 | Résultats de la simulation et comparaison avec les courbes expérimentales | 207 |
| 2.3 | Relation entre les contraintes critiques, les propriétés mécaniques et les paramètres de traitement thermique | 211 |
| 2.3.1 | Relation avec les paramètres de traitement thermique | 211 |
| 2.4 | Différences entre les contraintes critiques de clivage déterminées dans cette campagne et celles du Load Diagram | 213 |
| 2.4.1 | Relation entre contraintes critiques, température et comportement élastoplastique | 214 |
| 2.4.2 | Relation entre contraintes critiques et température de transition | 215 |
| 3 | Application d'un modèle d'Approche Locale aux résultats expérimentaux | 217 |

1 Méthode du Load Diagram : évaluation des contraintes critiques de clivage pour les essais de résilience

Objectifs de la section

Nous présentons dans cette section une méthode d'estimation des contraintes critiques de clivage à partir d'un essai de résilience. Cette méthode, basée sur l'analyse des courbes instrumentées, nous permettra d'estimer les contraintes critiques de clivage pour chaque microstructure.

1.1 Présentation de la méthode d'estimation de la contrainte critique de clivage à l'aide du Load Diagram

Les auteurs FABRY et al. (1994) et CHAOUADI et al. (2002) ont introduit une méthode d'estimation de la contrainte critique à partir des essais de résilience. Elle repose sur une étude des courbes Charpy instrumentées, appelée Load Diagram. Cette méthode a plusieurs applications mais nous nous limiterons ici à son application à l'estimation de la contrainte critique de clivage. La courbe de l'essai Charpy instrumenté, dont nous présentons sur la figure 4.1 un exemple typique, présente plusieurs points et phases particulières.

- Point F_{gy} : Charge à partir de laquelle la déformation plastique s'est généralisée à toute la section de l'éprouvette. La déformation reste toutefois limitée à ce moment.
- Début de propagation de la déchirure ductile dans l'éprouvette à partir de l'entaille.
- Point F_m : Charge maximale atteinte durant l'essai.
- Point F_{iu} : Charge à laquelle s'amorce la rupture fragile de l'éprouvette.
- Propagation de la fissure fragile.
- Point F_a : Charge à laquelle s'arrête la propagation de la fissure fragile. L'éprouvette achève ensuite éventuellement de se rompre de manière ductile et les lèvres de cisaillement se forment.
- Formation de lèvres de cisaillement.

En fonction de la température d'essai et de son comportement à rupture propre, l'éprouvette va présenter uniquement de la rupture fragile, de la rupture fragile faisant suite à la propagation de la déchirure ductile ou uniquement de la déchirure ductile. Cette évolution du mode de propagation se traduit par une évolution de l'énergie absorbée par l'éprouvette (qui correspond à l'aire sous la courbe donc dissipée essentiellement par un mode de rupture ductile).

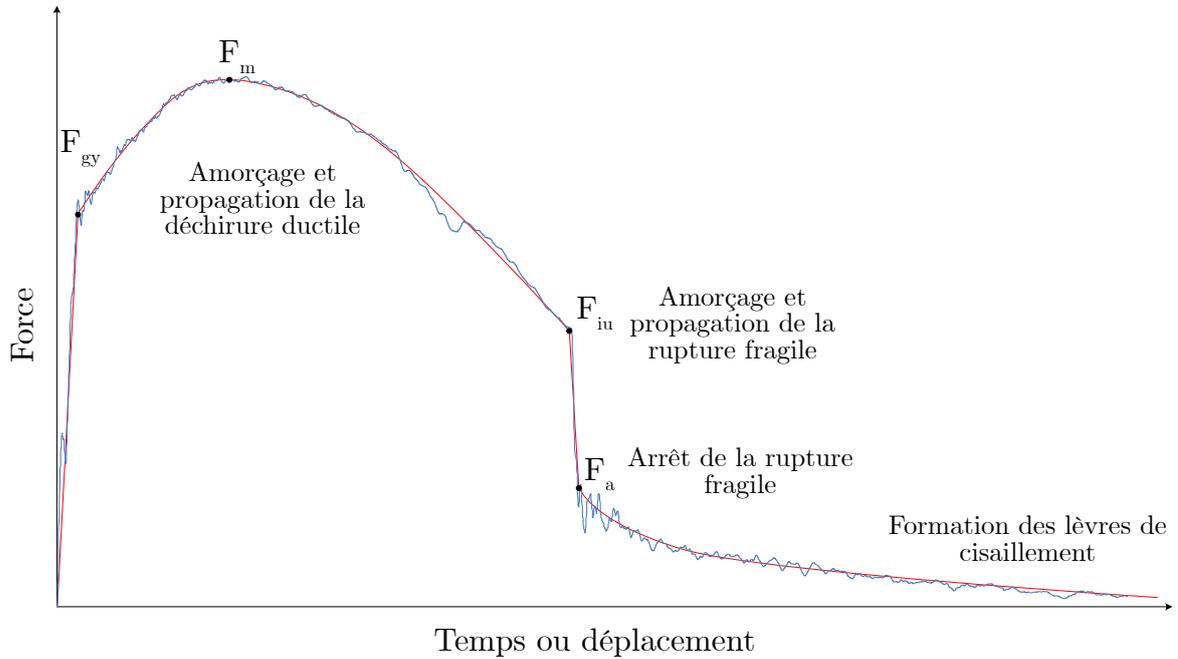


FIGURE 4.1 – Courbe charge en fonction du temps typique d'un essai de résilience. La courbe bleue correspond aux données expérimentales et la courbe rouge aux données lissées.

Le Load Diagram correspond à la représentation de ces différents points en fonction de la température pour une série d'essais de résilience. La figure 4.2 schématise les courbes qui sont obtenues. L'intersection des différentes courbes nous permet de définir des températures spécifiques et leurs charges associées. Ainsi l'intersection $F_{iu}(T) = F_a(T)$ marque la limite entre le palier ductile et la transition ductile-fragile. L'intersection des courbes $F_m(T) = F_{gy}(T)$ marque quant à elle la limite entre la transition et le domaine fragile. La détermination de la charge en ce point permet, selon les auteurs, l'estimation de la charge critique de clivage. Ce point sera appelé (T^*, F^*) dans la suite de l'exposé. En effet, trois caractéristiques nous permettent d'estimer la contrainte critique de clivage.

1. En ce point $F_{rupture} = F_m = F_{gy}$. Cela correspond au point où l'amorçage de la rupture fragile se fait dès le début de l'écoulement plastique généralisé.
2. À la charge $F = F_{gy}$, le champ de contraintes est quasiment uniforme sur la section de l'éprouvette (hypothèse approximative pour notre matériau d'un matériau parfaitement plastique).
3. Les auteurs de cette méthode considèrent qu'il est possible d'exprimer le chargement sous forme de contraintes avec l'expression 3 suivante. Cette expression est établie en reliant le moment fléchissant et le chargement.

$$\sigma = \frac{\beta SF}{2C_f(W - a)^2 B} \quad (4.1)$$

— β est une constante dépendant du type de critère de plasticité. Elle vaut 2 pour

le critère de Tresca et $\sqrt{3}$ pour le critère de Von Mises. CHAOUADI et al. (2002) utilisent une valeur intermédiaire $\beta = 1.886$.

- S correspond à la longueur de l'éprouvette qui est sollicitée entre les deux appuis de la flexion trois points, $S = 40$ mm.
- F désigne le chargement en N.
- C_f est le facteur de confinement plastique ("Constraint Factor") qui vaut 1.274. Il s'agit d'un facteur d'amplification de la charge limite entre une éprouvette entaillée et non entaillée.
- W est la largeur de l'éprouvette, $W = 10$ mm.
- a est la profondeur de l'entaille, $a = 2$ mm.
- B désigne l'épaisseur de l'éprouvette, $B = 10$ mm.

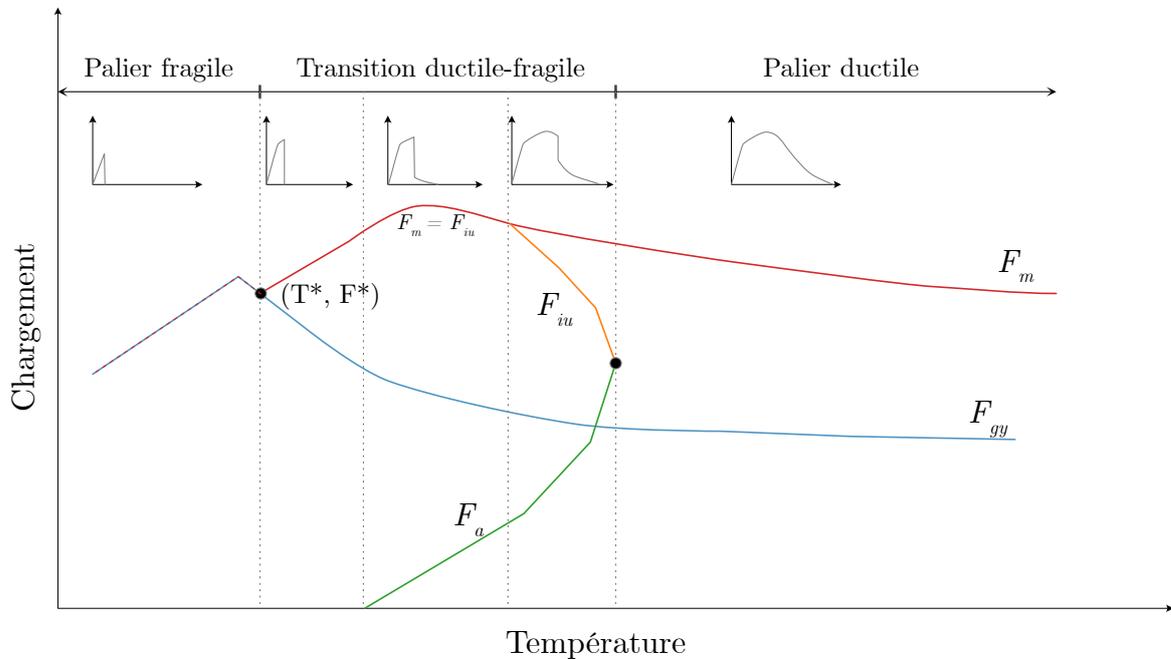


FIGURE 4.2 – Représentation d'un Load Diagram typique. La forme des courbes charge-temps des essais de résilience est également représentée.

Au passage à la plasticité généralisée concomitant avec l'amorçage de la rupture fragile, c'est-à-dire à l'intersection (T^*, F^*) , l'éprouvette présente par hypothèse un profil de contraintes uniforme sur la section au niveau de l'entaille et nous pouvons ainsi estimer (grossièrement) la contrainte critique de clivage avec l'équation 3 (quelle que soit la position réelle du site d'amorçage). Les courbes de traction étant parallèles les unes aux autres, la comparaison entre les matériaux reste possible.

1.2 Déclinaison de la méthode aux résultats expérimentaux

Nous disposons d'un ensemble de résultats expérimentaux $(T_i, F_m^i, F_{gy}^i, F_a^i, F_{iu}^i)_{i \in [1, n]}$ où n est le nombre d'essais. La procédure est la suivante :

1. Déterminer pour chaque essai, à partir de la courbe de mesure de la charge en fonction du temps, les charges caractéristiques.
2. Tracer ces charges en fonction de la température.
3. Déterminer la courbe $F_{gy}(T)$. L'ajustement utilisé est un ajustement polynomial d'ordre deux ($F_{gy} = aT^2 + bT + c$). Ce dernier est contraint par $a_{F_{gy}} > 0$ d'après la concavité de la limite d'élasticité en traction en fonction de la température (voir chapitre 3). Les points utilisés sont les points compris entre la température où F_{gy} est maximale et la première température où $F_{iu} = F_a = 0$.
4. Déterminer la courbe $F_m(T)$, on utilise également un polynôme d'ordre 2 pour l'ajustement. Ce dernier est contraint par $a_{F_m} < 0$. Compte tenu des limitations de la campagne d'essais en termes de nombre d'éprouvettes rompues dans le domaine fragile, nous ne disposons parfois pas de suffisamment de points pour décrire la partie croissante de la courbe $F_m(T)$ comme nous pouvons le voir sur la figure 4.3. En effet, les éprouvettes ont parfois directement rompu dans la partie élastique. Afin de pallier ce problème, nous définissons les valeurs des charges utilisées comme les charges maximales $(T_i, F_m^i)_{ajustement} = (T_i, \max(F_m^i, F_{gy}(T_i)))$. Sur la figure, cette correction est indiquée par la mention "Correction F_m ".
5. Déterminer (T^*, F^*) à l'intersection des courbes.

Les Load Diagram par microstructure peuvent être trouvés en annexe 2.

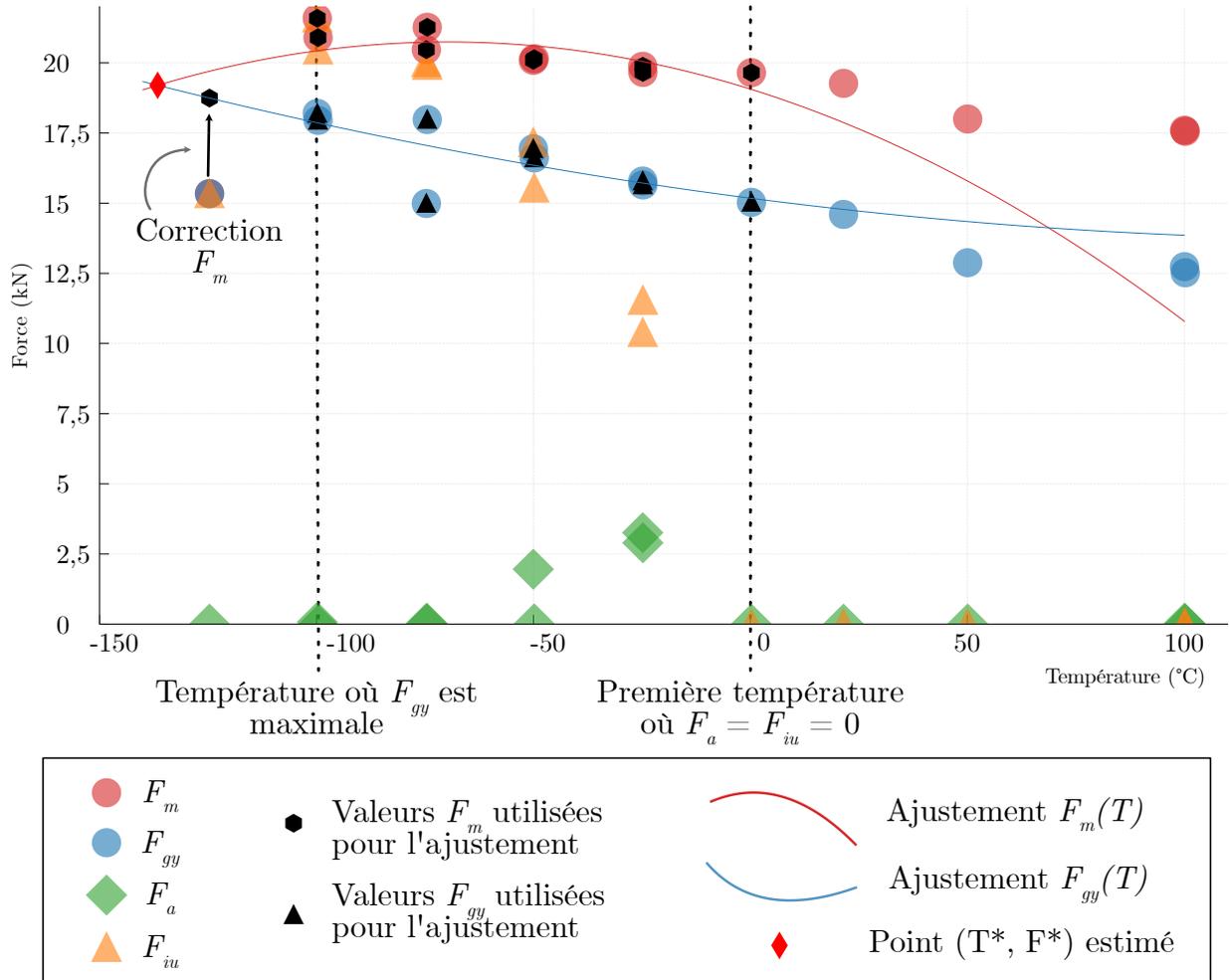


FIGURE 4.3 – Exemple de Load Diagram où nous ne disposons pas d'assez de points pour décrire la courbe $F_m(T)$, il faut donc corriger les valeurs de F_m comme l'illustre la figure. Traitement thermique : refroidissement à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640 °C pendant 6 h.

Cette approche présente néanmoins quelques limites. Les résultats d'essais, les valeurs de F_m notamment, sont naturellement statistiquement distribués avant que la valeur réelle de F_m ait été atteinte. De plus, les essais de résilience ont été réalisés dans le but de déterminer la transition ductile-fragile (qui nécessite des essais sur tout l'intervalle de température de la transition et sur les paliers) et non pour appliquer la méthode du Load Diagram (qui nécessite surtout des essais dans le domaine fragile ou le début de la transition).

La figure 4.4 montre les variations de la charge critique F^* en fonction des paramètres de traitement thermique. Elle augmente avec la vitesse de refroidissement et diminue avec l'augmentation de la température ou de la durée du revenu. Nous noterons cependant que la température semble avoir un effet plus marqué, ainsi les traitements thermiques avec un revenu à 660 °C pendant 6 h, soit $K = 20.33$ présentent une charge F^* moins importante que les traitements thermiques avec un revenu à 640 °C pendant 20 h, soit $K = 21.00$. Il faut toutefois noter que les valeurs estimées sont assez proches et que la méthode de détermination de ces valeurs reste assez grossière pour les raisons mentionnées plus haut. Nous pouvons donc retenir, de manière générale, que l'augmentation de l'intensité du revenu a tendance à abaisser la charge

critique à rupture fragile F^* des éprouvettes Charpy. Ces variations restent cohérentes avec les observations faites jusqu'alors sur les variations des propriétés à rupture comme le montre le graphique de la figure 4.5 où l'on observe une corrélation marquée entre la charge F^* et la température de transition T_{41J} . Cette corrélation est aussi observée pour T^* qui peut être interprétée comme une température de transition de plasticité (figure 4.6).

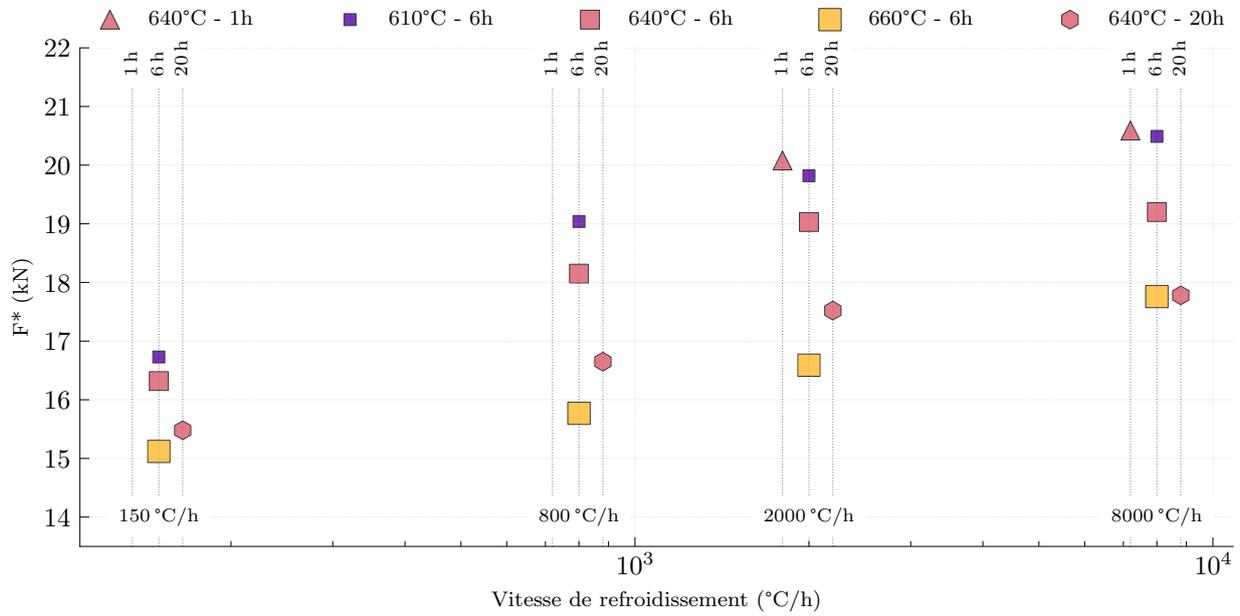


FIGURE 4.4 – Variations de la charge F^* en fonction des paramètres de traitement thermique.

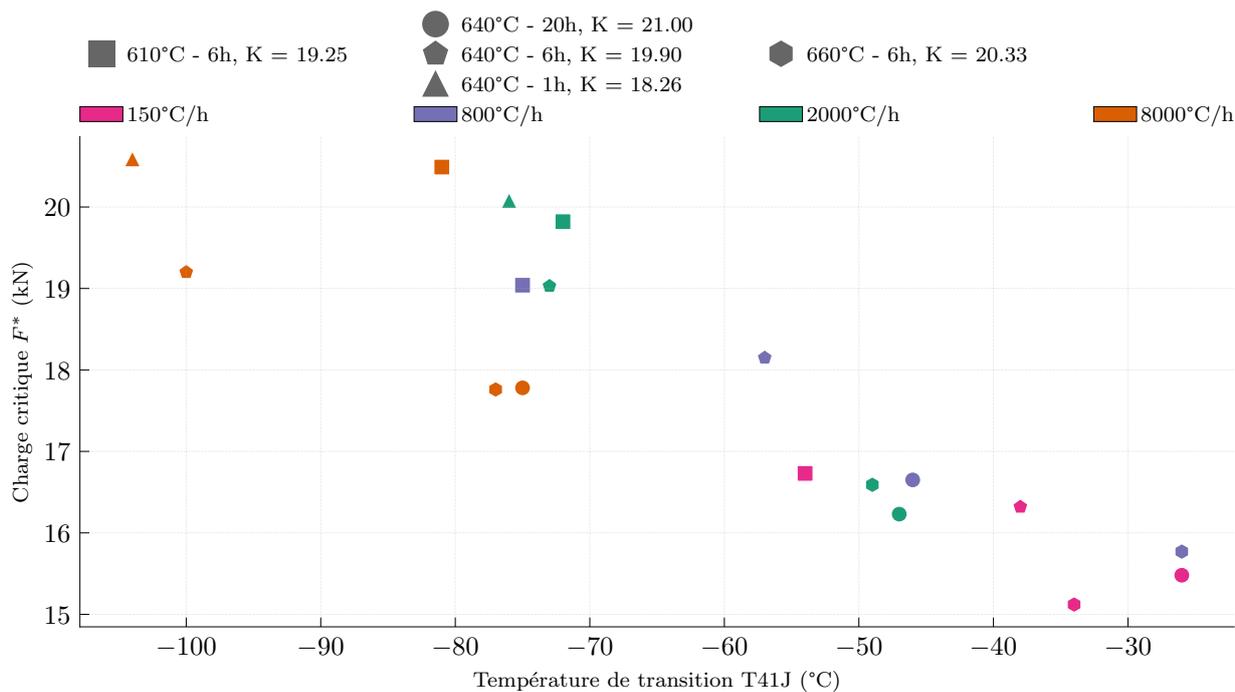


FIGURE 4.5 – Variation de la charge F^* en fonction des paramètres de traitement thermique et la température de transition T_{41J} .

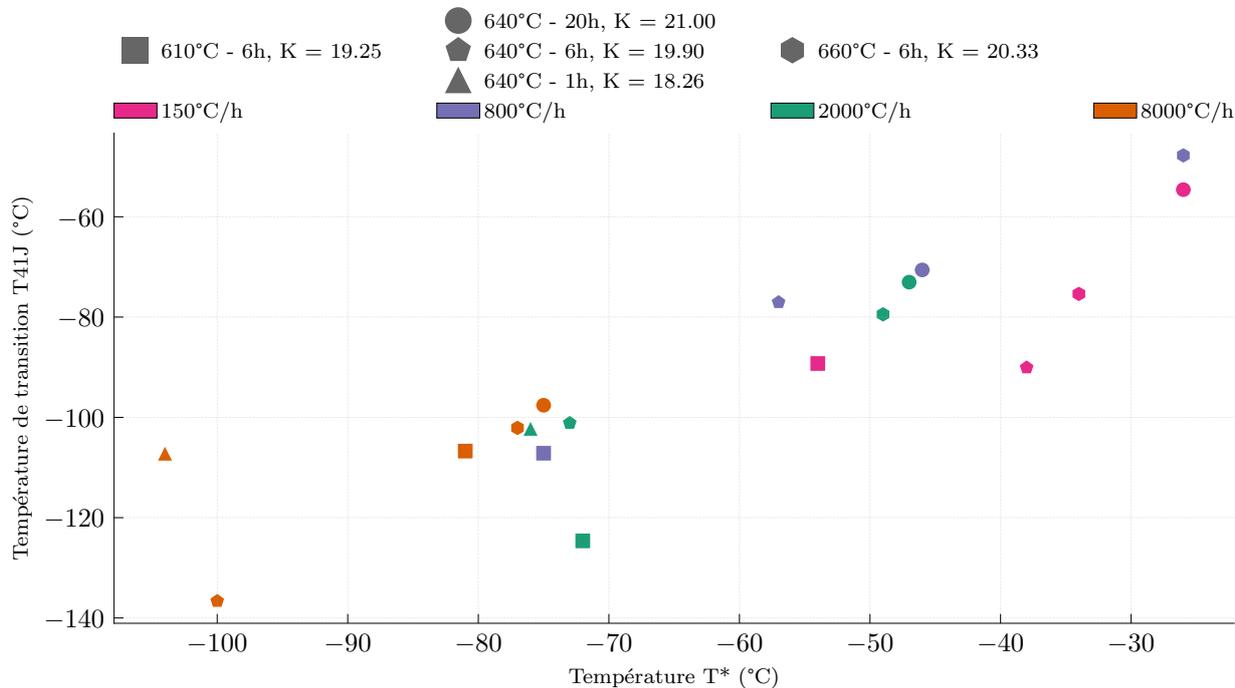


FIGURE 4.6 – Variation de la température T^* en fonction des paramètres de traitement thermique et la température de transition T_{41J} .

Conclusions de la section

Nous avons utilisé la méthode du Load Diagram pour estimer la charge critique F^* . Elle présente des variations similaires à celles de la température de transition. Par ailleurs cette charge peut être reliée, moyennant certaines hypothèses simplificatrices, à la contrainte critique moyenne de clivage. Les premiers résultats semblent indiquer que la méthode du Load Diagram pourrait constituer un bon outil pour extraire une première estimation de la contrainte critique de clivage de l'essai de résilience. Les contraintes critiques seront étudiées dans la partie suivante.

2 Campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées, détermination des contraintes critiques de clivage

Objectifs de la section

Pour préciser les contraintes estimées par la méthode du Load Diagram et afin d'estimer une distribution des contraintes critiques en fonction de la microstructure, nous avons réalisé une campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées pour cinq conditions de traitement thermique. À l'aide d'une simulation par éléments finis de cet essai nous avons pu déterminer la contrainte critique de clivage de cinq microstructures.

2.1 Campagne d'essais

2.1.1 Conditions d'essai

Afin de d'étudier la relation entre contrainte critique et propriétés à rupture, cinq traitements thermiques ont été utilisés dont nous donnons les paramètres dans le tableau 4.1. La vitesse de trempe étant le paramètre de variations au premier ordre des propriétés, nous en étudions l'effet pour un même revenu (condition industrielle "typique" 640 °C pendant 6 h). Une cinquième condition a été ajoutée afin d'étudier l'effet d'un revenu prolongé (20 h) après un refroidissement à 2000 °C · h⁻¹. Cinq éprouvettes de type AE2-6 ont été prélevées pour chaque traitement thermique (voir tableau 4.7) suivant la direction *TL*. Ce type d'éprouvettes a déjà été utilisé dans des études précédentes (BEREMIN, 1983; Stéphane RENEVEY, 1998). Ces éprouvettes sont utilisées pour la détermination des contraintes critiques de clivage, pour les matériaux isotropes, car elles sont faciles à simuler par éléments finis, grâce leur géométrie axisymétrique. Elles permettent de redistribuer suffisamment les contraintes (pour une déformation moyenne supérieure à 5 % dans la section minimale) pour obtenir un profil de contrainte sans variations abruptes, ce qui limite les imprécisions. Lors de ces essais, la déformation plastique reste limitée (inférieure à 25 %) malgré un haut niveau de contraintes, ce qui permet de limiter les effets de la déformation sur la contrainte critique.

L'essai est piloté en déplacement traverse à une vitesse de déplacement de $1,2 \times 10^{-3} \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ qui correspond à un taux de déformation approximatif de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur la longueur utile de la partie entaillée de l'éprouvette qui vaut 2,4 mm. Les variations de l'effort sont également suivies durant l'essai et l'éprouvette est munie d'un extensomètre diamétral au niveau de l'entaille afin d'obtenir la courbe d'évolution de la réduction diamétrale en fonction du chargement. Nous avons pu vérifier la précision de l'extensomètre a posteriori en comparant le diamètre à rupture au diamètre à rupture mesuré via un microscope (voir tableau 4.5). C'est cette courbe qui sera utilisée pour l'identification de la loi de comportement utilisée dans la simulation par éléments finis.

Pour déterminer la contrainte critique de clivage associée à une éprouvette donnée, il faut que la déformation moyenne de l'éprouvette (donnée par l'équation 4.2 où Φ désigne le diamètre

| Refroid. (°C · h ⁻¹) | K | -170 °C | -160 °C | -150 °C | -140 °C |
|-------------------------------------|-------|---------------------------|---------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| 8000 | 19.90 | 0.22, 0.12, 0.07, 0.05 | 0.27 | – | – |
| 2000 | 19.90 | – | 0.11, 0.08, 0.07, 0.05 | 0.31 | – |
| 800 | 19.90 | – | – | 0.25, 0.18, 0.13, 0.09, 0.09 | – |
| 2000 | 21.00 | – | – | 0.11, 0.05 | 0.22, 0.1, 0.09 |
| 150 | 19.90 | – | – | – | 0.19, 0.15, 0.14, 0.12, 0.09 |

TABLE 4.2 – Tableau récapitulatif des déformations moyennes à rupture des éprouvettes testées par température et par traitement thermique lors de la campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées.

2.1.2 Résultats d'essai

2.1.2.1 Qualité des essais

La figure 4.9 suivante présente les courbes expérimentales. Nous noterons la bonne répétabilité des essais entre eux à température donnée et traitement thermique donné. Les déformations moyennes à rupture sont bien comprises dans l'intervalle désiré dans la plupart des cas (tableau 4.2). Nous disposons également d'au moins trois essais pour une température d'essai et par traitement thermique. Les autres résultats obtenus lors de l'optimisation de la température d'essai restent proches de l'intervalle cible (la déformation moyenne à rupture est inférieure à 0.31), nous les conserverons donc afin de maximiser le nombre d'éprouvettes étudiées. Nous remarquons par ailleurs que toutes les éprouvettes présentent un faciès complètement fragile. Ces observations nous assurent que le post-traitement et la détermination des contraintes critiques peut se faire sur des bases expérimentales solides. La figure 4.8 donne un exemple du champ de contraintes obtenu sur la tranche de l'éprouvette.

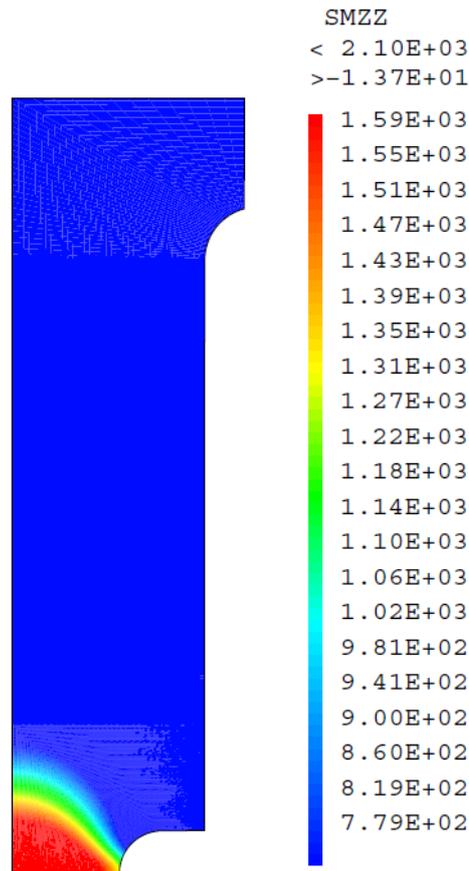


FIGURE 4.8 – Champ de la contrainte axiale au moment de la rupture. Essai à -170°C . Traitement thermique : $8000^{\circ}\text{C}-640^{\circ}\text{C}-6\text{h}$ – $K = 19.90$.

2.1.2.2 Tendances observées

Comme le montre la figure 4.9, les niveaux de contraintes atteints pour ces niveaux de déformation sont similaires à ceux obtenus dans la littérature (S. RENEVEY et al., 1996) qui, pour un matériau présentant une transition à $T_t = 14^{\circ}\text{C}$ (contre $T_t = 15^{\circ}\text{C}$ pour le traitement thermique $2000^{\circ}\text{C}-640^{\circ}\text{C}-6\text{h}$) en utilisant la même géométrie d'éprouvette, obtient des contraintes critiques à -150°C , entre 5 % et 20 % de déformations moyennes, variant entre 1300 MPa et 1600 MPa.

La figure 4.10 relie la déformation moyenne à rupture avec la contrainte conventionnelle moyenne à rupture.

Pour un matériau donné, l'augmentation de la température d'essai tend à faire augmenter la déformation moyenne à rupture et à faire diminuer la contrainte moyenne à rupture.

Pour une même température d'essai, l'augmentation de la vitesse de refroidissement entraîne une augmentation de la déformation moyenne à rupture et de la contrainte moyenne à rupture. Ces tendances sont cohérentes avec celles observées pour les propriétés mécaniques.

Dans le cas du refroidissement à $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, il y a une différence de température d'essais de 20°C entre les deux conditions de revenu pour obtenir des niveaux de déformations à rupture similaires. L'augmentation de la durée de revenu, qui entraîne une dégradation des propriétés mécaniques, se retrouve dans le passage à -140°C par rapport à un revenu de 6 h ($K = 19.90$).

Le tableau 4.3 compare les températures sélectionnées avec la température T_0 et la température de transition T_{41J} . Les températures plus basses des éprouvettes entaillées s'expliquent par les conditions quasistatiques de l'essai (par rapport à l'essai de résilience) et l'entaille qui est moins sévère (triaxialité des contraintes plus faibles par rapport à une éprouvette CT).

| Refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | K | Température d'essai idéale $^{\circ}\text{C}$ | T_{41J} ($^{\circ}\text{C}$) | T_0 ($^{\circ}\text{C}$) |
|---|-------|--|----------------------------------|------------------------------|
| 8000 | 19.90 | -170 | -100 | -130 |
| 2000 | 19.90 | -160 | -73 | – |
| 800 | 19.90 | -150 | -57 | – |
| 2000 | 21.00 | -140 | -47 | -56 |
| 150 | 19.90 | -140 | -38 | -51 |

TABLE 4.3 – Comparaison des températures de référence de chaque type d'essais.

2.1.2.3 Comportement à rupture

À température d'essai et matériau donnés, nous noterons que les contraintes moyennes critiques à rupture sont peu dispersées par rapport aux déformations moyennes critiques à rupture (voir figure 4.10). Les contraintes varient d'environ 50 MPa pour des déformations qui varient environ de 0.2. Cette stabilité relative de la contrainte moyenne peut se comprendre de la façon suivante. Une fois passé la limite d'élasticité, le niveau de contrainte au centre de l'éprouvette va progressivement se stabiliser. La zone centrale de plus haute contrainte va alors s'élargir progressivement, la déformation moyenne augmentant dans le même temps, jusqu'à rencontrer un site d'amorçage qui va provoquer la rupture de l'éprouvette. La matière est "échantillonnée" par le chargement mécanique mais la contrainte conventionnelle varie peu. Comme les sites d'amorçage sont distribués dans le volume, la déformation moyenne à rupture est distribuée pour un niveau de contrainte conventionnelle à rupture relativement stable. Cependant, comme la contrainte critique locale d'amorçage n'est pas constante mais qu'elle est aussi distribuée, nous ne pouvons pas observer de corrélation directe entre la position du site et la déformation moyenne à rupture, ce qui a été vérifié dans le cas de nos essais.

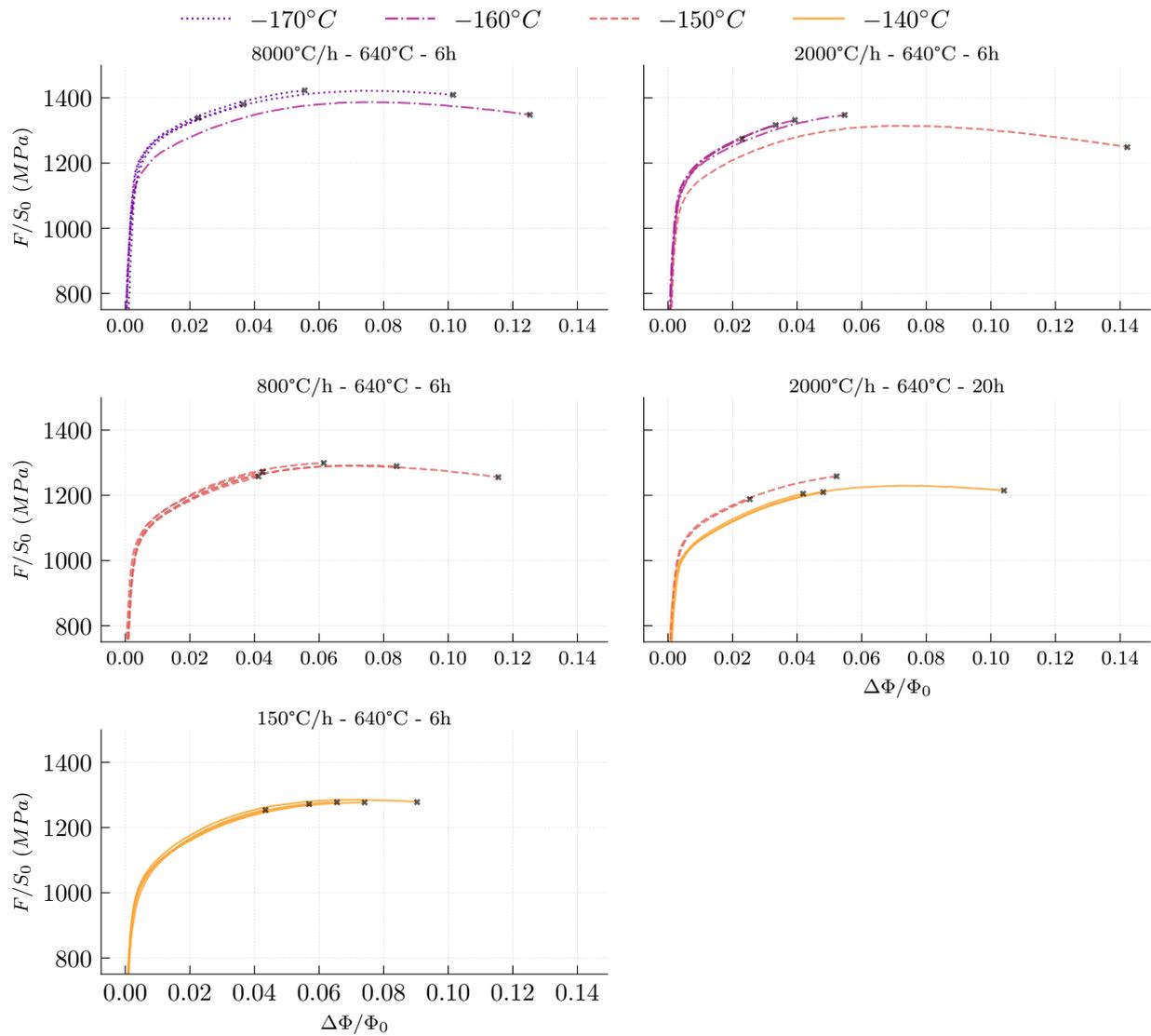


FIGURE 4.9 – Contrainte conventionnelle moyenne en fonction de la réduction diamétrale pour les éprouvettes de traction entaillées. Φ désigne le diamètre, Φ_0 le diamètre initial, S_0 la section initiale entre les fonds d’entaille et F la charge.

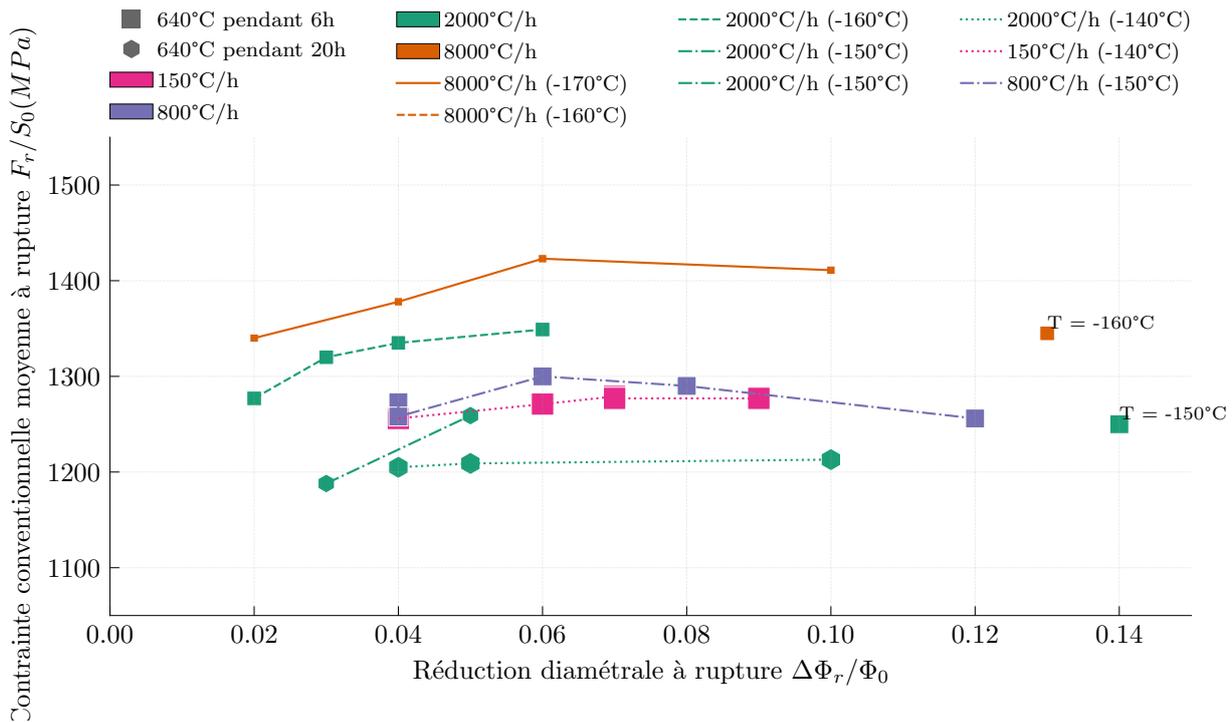


FIGURE 4.10 – Contrainte conventionnelle moyenne à rupture en fonction de la réduction diamétrale à rupture pour les éprouvettes de traction entaillées. Φ_r désigne le diamètre à rupture, Φ_0 le diamètre initial, S_0 la section initiale de la zone entaillée et F le chargement. La taille des points augmente avec la température d'essais.

2.1.2.4 Positions des sites d'amorçage sur le faciès de rupture

Nous pouvons identifier le site d'amorçage de la rupture fragile sur les faciès de rupture selon la procédure décrite dans le chapitre suivant. Dans ce chapitre, nous n'utiliserons que la position du site. Ses autres caractéristiques seront étudiées en détail dans le chapitre suivant. De plus, nous pouvons ajuster une ellipse (quasi-circulaire) sur le faciès et ainsi en déterminer le centre puis la distance du site d'amorçage au centre de l'éprouvette. La figure 4.11 donne un exemple de mesure de la position du site d'amorçage qui sera supposé localisé dans la section minimale de l'éprouvette (mesure radiale uniquement). Nous remarquons que les longueurs des deux axes de l'ellipse ainsi ajustée sont très proches l'une de l'autre. Le petit axe diffère en moyenne de 0,36 % du grand axe soit 0,02 mm environ par rapport au diamètre de 6 mm de l'éprouvette. À titre de comparaison, la taille de grain (et de facette de clivage) est d'environ 20-30 μm . Il n'y a donc pas d'anisotropie marquée du matériau dans le plan ($L-TC$).

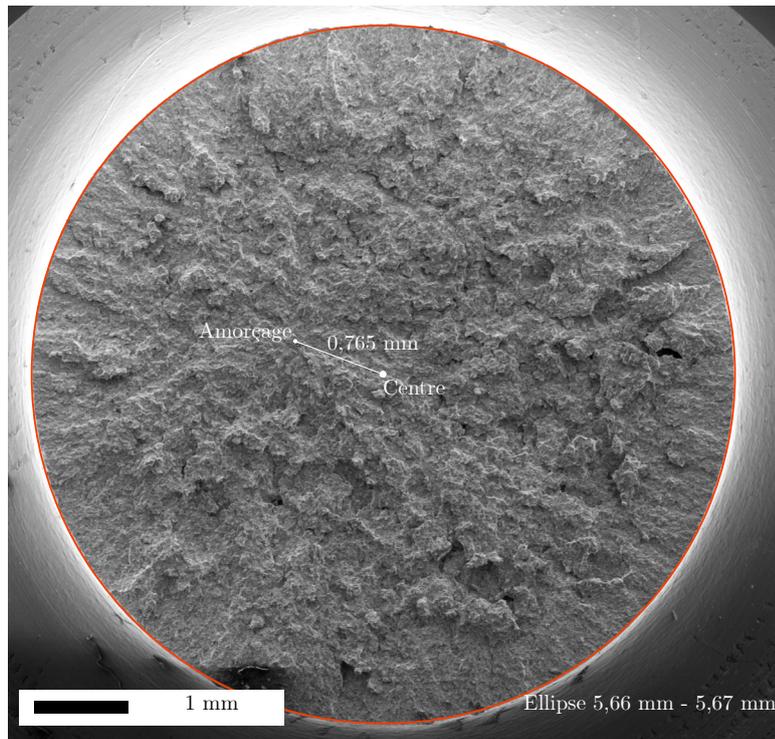


FIGURE 4.11 – Exemple de mesure de la position du site d’amorçage. Traitement thermique : 2000 °C–640 °C–6 h – $K = 19.90$. Essai à 140 °C. Image en mode électrons secondaires.

La figure 4.12 donne la répartition de la position radiale des sites d’amorçage en fonction de la température d’essai et des paramètres de traitement thermique. Toutes les éprouvettes ne comportent qu’un seul site d’amorçage. La température et les conditions de traitement ne semblent pas influencer la position des sites, ce qui correspond bien à leur nature dispersée comme décrit dans paragraphe précédent. Les sites sont concentrés vers le centre de l’éprouvette. L’étude de S. RENEVEY et al. (1996) qui comporte un nombre conséquent (une quarantaine) d’essais sur éprouvette de traction entaillée observe une distance radiale moyenne de 1 mm pour le même type d’éprouvette. Nous noterons toutefois que l’amorçage du matériau se fait à proximité d’inclusions ou au niveau de colonies de MnS qui jouent un rôle d’amplificateur local tandis que le clivage est amorcé préférentiellement sur des carbures dans notre matériau de propreté inclusionnaire nettement plus élevée (voir chapitre 2 Section 3, voir chapitre 5). La répartition volumique de ces constituants étant aléatoire, cela peut expliquer les différences de position radiale observées. Le maximum de contraintes étant atteint au centre mais sur un volume réduit, le résultat est conforme à ce qui était prévu ; c’est-à-dire une coopération entre le niveau de contrainte et le volume de l’anneau de matière contenant le site d’amorçage pour produire l’amorçage. On notera enfin que la position du site d’amorçage est insensible à l’état métallurgique. Afin d’estimer la contrainte critique de clivage associée à l’amorçage, il nous faut à présent obtenir le champ de contraintes et de déformations tout au long de l’essai pour en extraire les valeurs aux sites d’amorçage au moment de la rupture, pour chaque essai.

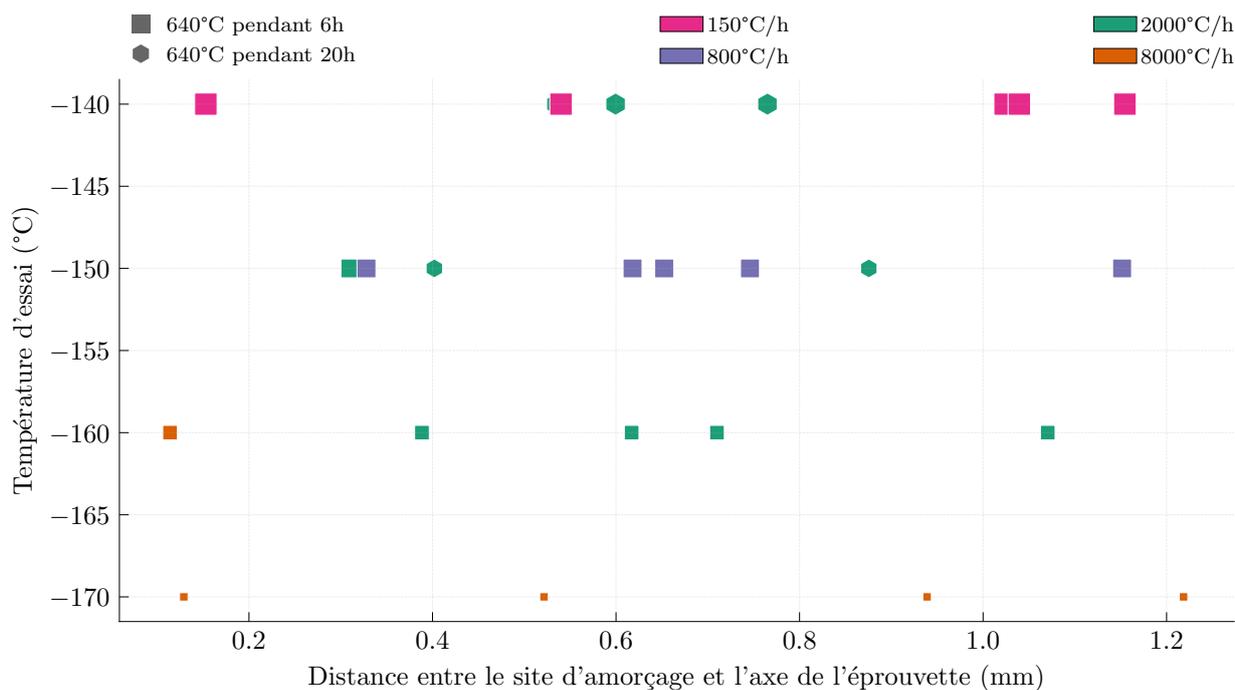


FIGURE 4.12 – Répartition des sites d'amorçage sur la section finale (2,4 mm au minimum) de l'éprouvette de traction entaillée.

2.2 Estimation des contraintes critiques par la méthode des éléments finis

2.2.1 Paramétrage de la simulation et identification des lois de comportement

Nous disposons, après l'analyse des essais, de la position du site d'amorçage sur le faciès de rupture. Afin d'obtenir la contrainte critique de clivage, il nous faut à présent obtenir le champ de contraintes et de déformations au cours de l'essai dans le volume de l'éprouvette. Pour cela, nous avons réalisé une simulation par éléments finis de l'essai par température d'essai et par traitement thermique.

Le maillage utilisé, inspiré des travaux de (AMZIL, 2021), est présenté sur la figure A.150. Une étude paramétrique de l'effet de la taille du plus petit élément du maillage peut être trouvée en annexe 7. Au vu des symétries de l'éprouvette et de l'isotropie du comportement du matériau, il suffit de mailler un quart d'une section longitudinale. L'éprouvette étant axisymétrique, le calcul est réalisé en deux dimensions. Les éléments utilisés sont des éléments quadrangles linéaires incompressibles (ICQ4 dans la nomenclature de CAST3M) pour éviter le phénomène de blocage volumique. Les éléments dans la zone d'entaille ont une taille approximative d'environ 20 μm , cette finesse de maillage nous permet de minimiser les erreurs dans la détermination des contraintes liées à l'interpolation des valeurs aux points de Gauss. Le champ de contraintes et de déformations ne présentant pas de gradient marqué (voir figure A.149 par exemple), cette taille caractéristique nous permet de bien représenter les variations de ces grandeurs. Par ailleurs, le calcul étant réalisé en deux dimensions, le coût de cet affinement du maillage reste modique. Le calcul est fait en petites déformations avec géométrie réactualisée à chaque pas. Le déplacement

maximal est fixé à 0,61 mm, ce qui permet de couvrir l'ensemble de la plage de déplacements des différents essais. Le chargement est linéaire. Le nombre de pas est fixé à 280 avec une fréquence accrue dans la partie élastique de l'essai.

Il n'a pas été observé de verrouillage volumique pour l'ensemble des calculs réalisés.

La contrainte d'écoulement des aciers de cuve est généralement décrite par une loi de la forme (Voce), on considère un matériau de Von Mises, avec un écrouissage isotrope :

$$R(p) = R_0 + H \cdot p + Q_1(1 - \exp(-b_1 \cdot p)) + Q_2(1 - \exp(-b_2 \cdot p)) \quad (4.3)$$

Le paramètre p désigne la déformation plastique cumulée. Nous considérons que $H = 0$ et il reste donc les paramètres R_0 , Q_1 , b_1 , Q_2 et b_2 à identifier. La méthodologie d'identification consiste en la minimisation de la différence (norme 2) entre la courbe de la force en fonction de la réduction diamétrale simulée et expérimentale de référence (la courbe de plus grande déformation moyenne à rupture afin de pouvoir représenter le comportement de la manière la plus exhaustive). L'identification est pilotée par un script python interfacé à CAST3M au travers de la fonction *mimimize* de la bibliothèque *Scipy*. L'algorithme de minimisation utilisé est l'algorithme de Powell qui permet d'éviter d'estimer le gradient du résidu qui est une opération très coûteuse du point de vue des calculs. Cet algorithme consiste à optimiser chaque variable successivement, les autres variables restant fixées, puis à recommencer jusqu'à convergence. Nous utilisons directement les courbes expérimentales de l'essai de traction sur éprouvette entaillée. L'identification a été faite pour tous les traitements thermiques et toutes les températures d'essais.

Le module d'Young est fixé à $E = 207GPa$ et le coefficient de Poisson à $\nu = 0.3$.

Le tableau 4.4 présente les résultats de l'identification. Nous retrouvons l'effet de la vitesse de refroidissement et du revenu, observé au chapitre précédent, sur le paramètre R_0 . L'augmentation de la vitesse de refroidissement entraîne une augmentation de R_0 tandis que l'augmentation de la durée de revenu entraîne sa diminution.

| Refroid. ($^{\circ}C \cdot h^{-1}$) | K | T essai ($^{\circ}C$) | R_0 MPa | Q_1 MPa | b_1 | Q_2 MPa | b_2 |
|--|-------|----------------------------|-----------|-----------|-------|-----------|-------|
| 8000 | 19.90 | -170 | 752 | 255 | 9.12 | 304 | 3.72 |
| 8000 | 19.90 | -160 | 718 | 253 | 8.64 | 318 | 3.84 |
| 2000 | 19.90 | -160 | 705 | 238 | 9.03 | 295 | 4.33 |
| 2000 | 19.90 | -150 | 675 | 238 | 9.03 | 295 | 4.33 |
| 800 | 19.90 | -150 | 656 | 189 | 10.72 | 257 | 7.18 |
| 150 | 19.90 | -140 | 633 | 185 | 9.47 | 271 | 8.98 |
| 2000 | 21.00 | -150 | 635 | 166 | 8.42 | 289 | 8.55 |
| 2000 | 21.00 | -140 | 610 | 166 | 8.42 | 289 | 8.55 |

TABLE 4.4 – Paramètres de la loi de comportement identifiés pour chacun des traitements thermiques.

2.2.2 Résultats de la simulation et comparaison avec les courbes expérimentales

Les figures suivantes (4.13, 4.14, 4.15, 4.16 et 4.17) permettent de comparer les résultats expérimentaux avec les courbes simulées. Dans certains cas, la simulation n'arrive pas à reproduire l'entrée en plasticité sur la courbe expérimentale (environ 3% d'écart au maximum), nous notons le bon accord (résultats expérimentaux prédits par la simulation à $\pm 1\%$) entre la prédiction par la simulation et les mesures par l'expérience pour la partie après inflexion dès 1% de réduction diamétrale, qui est la partie qui nous intéresse.

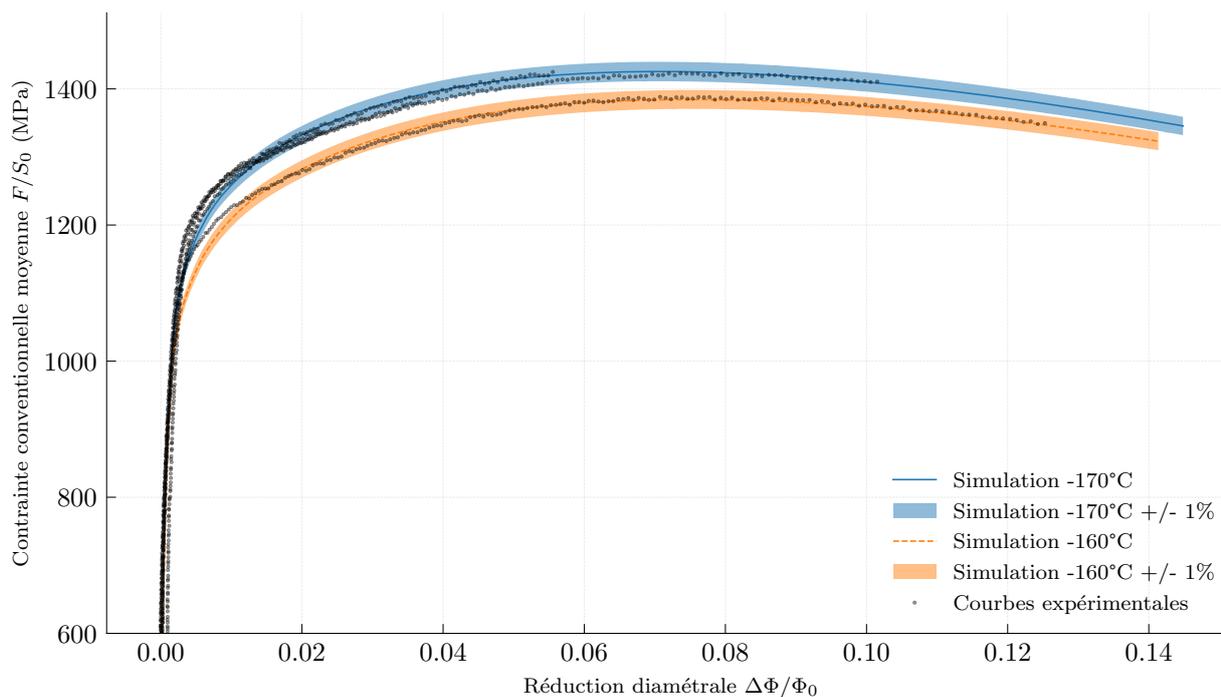


FIGURE 4.13 – Comparaison entre courbes expérimentales et simulées pour les essais de traction sur éprouvette entaillée, traitement thermique $8000^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –6 h.

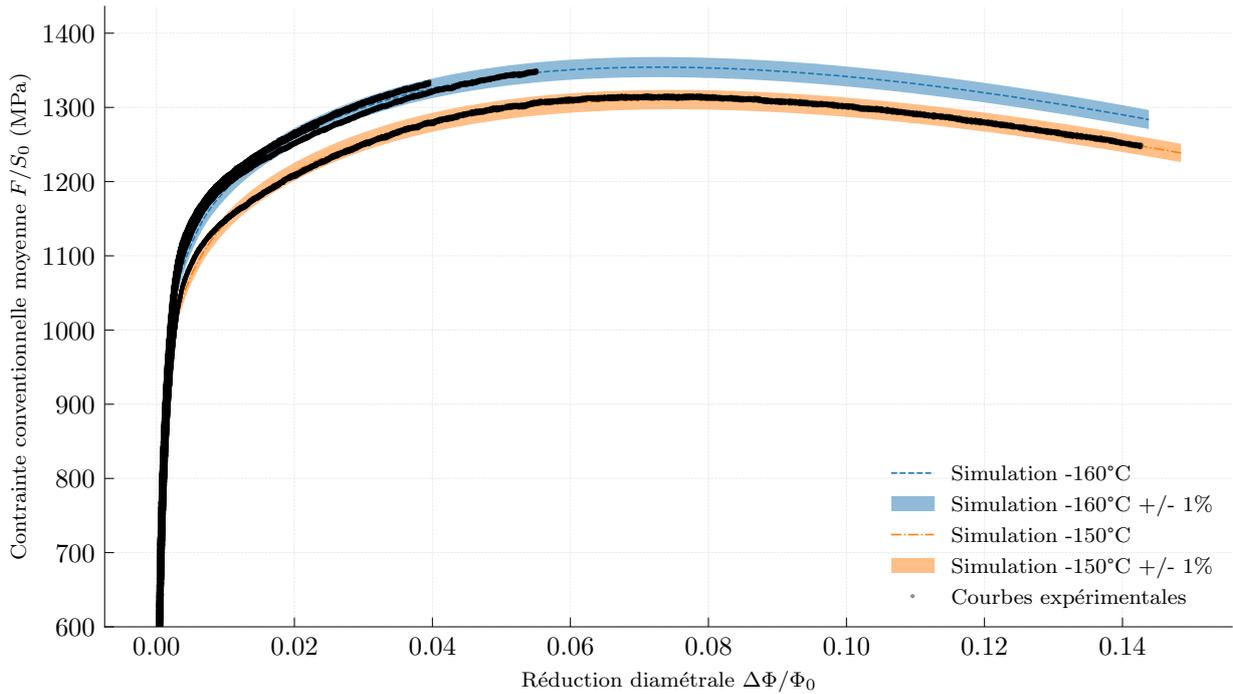


FIGURE 4.14 – Comparaison entre courbes expérimentales et simulées pour les essais de traction sur éprouvette entaillée, traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ –6 h.

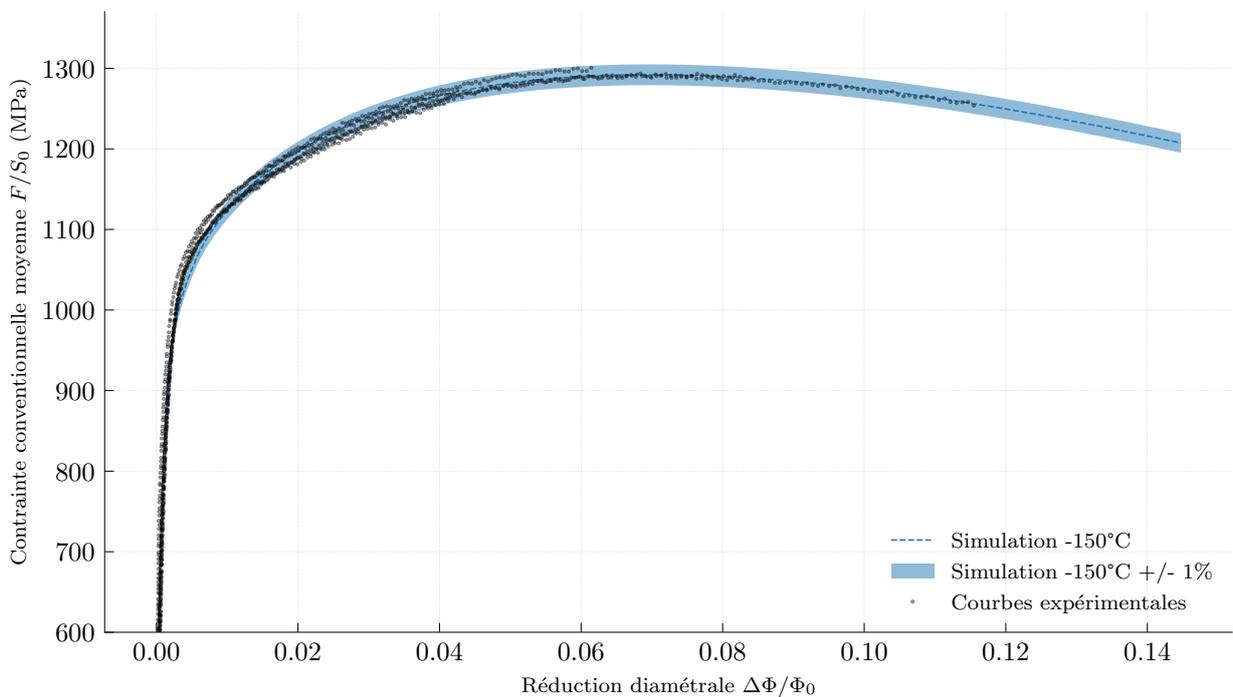


FIGURE 4.15 – Comparaison entre courbes expérimentales et simulées pour les essais de traction sur éprouvette entaillée, traitement thermique $500\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ –6 h.

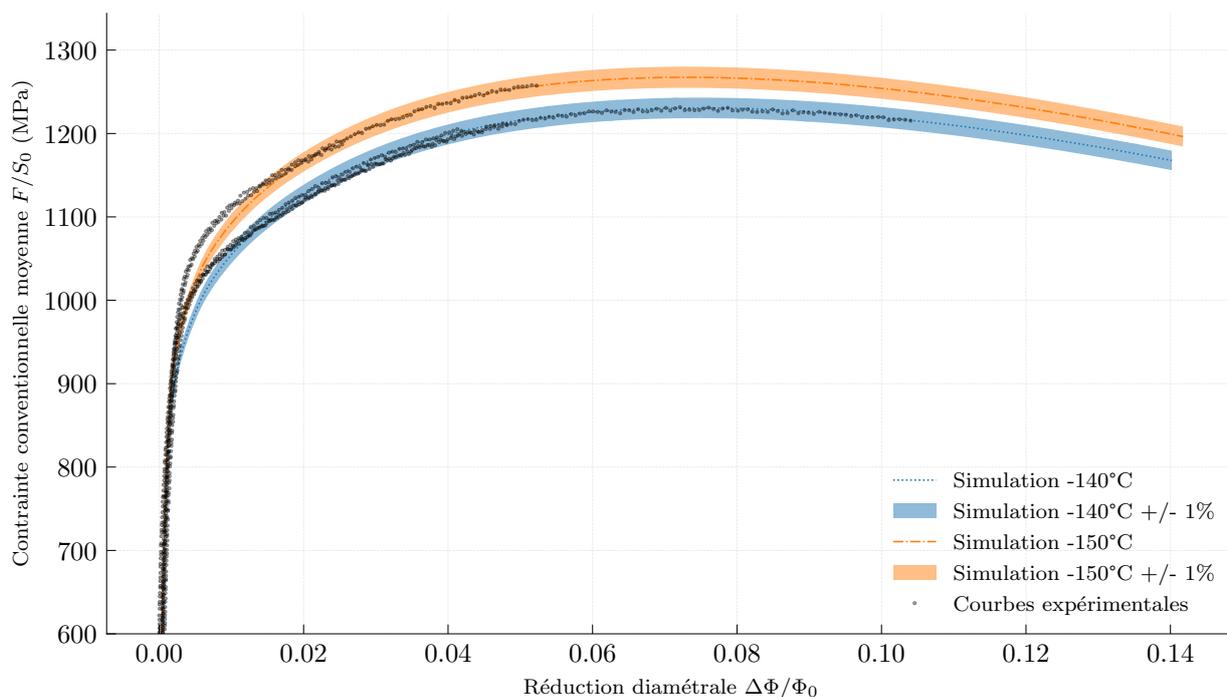


FIGURE 4.16 – Comparaison entre courbes expérimentales et simulées pour les essais de traction sur éprouvette entaillée, traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 20 h .

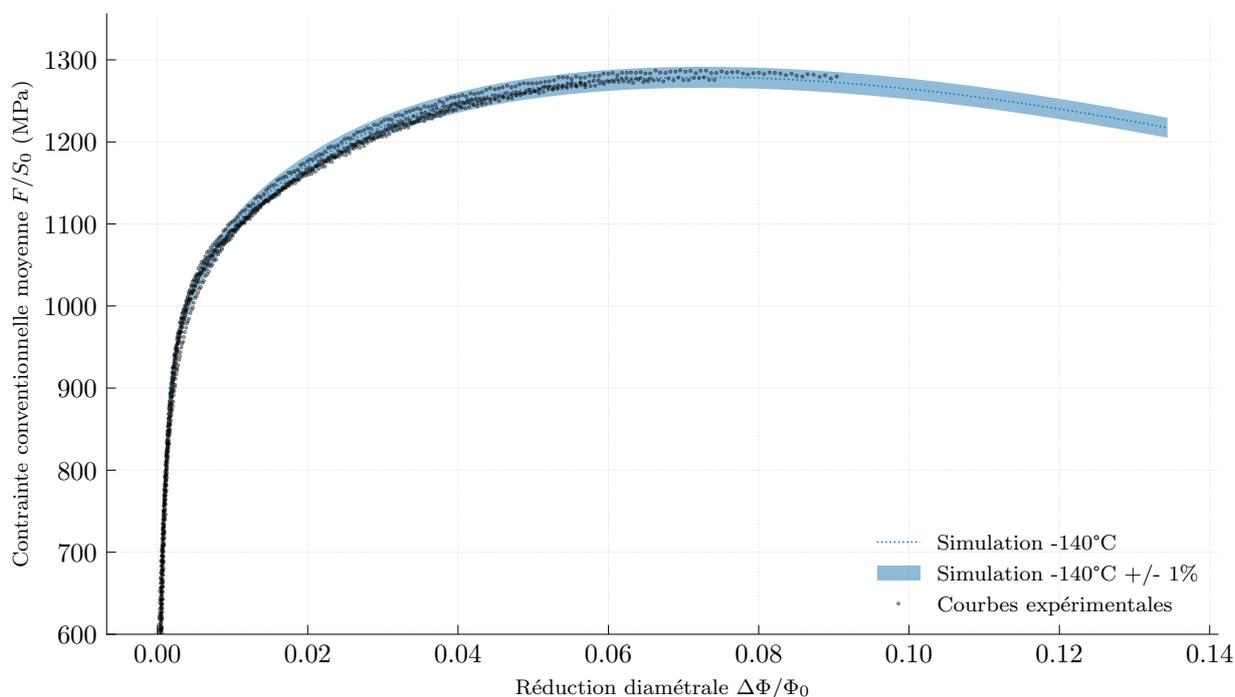


FIGURE 4.17 – Comparaison entre courbes expérimentales et simulées pour les essais de traction sur éprouvette entaillée, traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 6 h .

Pour poursuivre la vérification de la cohérence à la fois des essais et de la simulation, nous avons comparé les diamètres à rupture obtenus par extensométrie, par mesure de la striction

sur faciès et par simulation (détermination du diamètre de la section entaillée au moment de la rupture). Le tableau 4.5 compare les différentes mesures du diamètre à rupture. Nous pouvons noter le très bon accord entre les trois séries de mesures. En particulier le « retour élastique » apparaît négligeable (comparaison striction / mesure ou simulation).

| Refroid. (°C · h ⁻¹) | K | Ref. Éprouvette | Mes. extensomètre | Mes. striction | Simulation |
|-------------------------------------|-------|--------------------|----------------------|-------------------|------------|
| 2000 | 21.00 | AE1 | 5.84 | 5.82 | 5.84 |
| 2000 | 21.00 | AE2 | 5.71 | 5.74 | 5.71 |
| 2000 | 21.00 | AE3 | 5.68 | 5.67 | 5.68 |
| 2000 | 21.00 | AE4 | 5.65 | 5.64 | 5.65 |
| 2000 | 21.00 | AE5 | 5.39 | 5.39 | 5.40 |
| 2000 | 19.90 | AE1 | 5.67 | 5.69 | 5.67 |
| 2000 | 19.90 | AE2 | 5.11 | 5.15 | 5.11 |
| 2000 | 19.90 | AE3 | 5.76 | 5.72 | 5.76 |
| 2000 | 19.90 | AE4 | 5.79 | 5.78 | 5.79 |
| 2000 | 19.90 | AE5 | 5.84 | 5.84 | 5.85 |
| 8000 | 19.90 | AE1 | 5.23 | 5.24 | 5.24 |
| 8000 | 19.90 | AE2 | 5.38 | 5.40 | 5.39 |
| 8000 | 19.90 | AE3 | 5.69 | 5.70 | 5.70 |
| 8000 | 19.90 | AE4 | 5.84 | 5.81 | 5.84 |
| 8000 | 19.90 | AE5 | 5.62 | 5.65 | 5.63 |
| 150 | 19.90 | AE1 | 5.45 | 5.45 | 5.45 |
| 150 | 19.90 | AE2 | 5.44 | 5.44 | 5.45 |
| 150 | 19.90 | AE3 | 5.58 | 5.59 | 5.58 |
| 150 | 19.90 | AE4 | 5.74 | 5.73 | 5.74 |
| 150 | 19.90 | AE5 | 5.62 | 5.65 | 5.63 |
| 800 | 19.90 | AE1 | 5.63 | 5.63 | 5.64 |
| 800 | 19.90 | AE2 | 5.72 | 5.73 | 5.73 |
| 800 | 19.90 | AE3 | 5.29 | 5.28 | 5.29 |
| 800 | 19.90 | AE4 | 5.45 | 5.44 | 5.45 |
| 800 | 19.90 | AE5 | 5.71 | 5.71 | 5.71 |

TABLE 4.5 – Comparaison des diamètres finaux mesurés ou prédits par éprouvette.

Nous disposons à présent de la position du site d’amorçage et des champs de contraintes et de déformations au niveau de la section minimale au moment de la rupture de l’éprouvette. La contrainte critique correspond à la première contrainte principale, extraite sur les nœuds de la ligne correspondant à la section minimale de l’éprouvette au niveau du site d’amorçage, en prenant en compte la déformation de l’éprouvette (sur laquelle est mesurée la position du site). L’incertitude typique associée à la localisation du site est de l’ordre d’une taille de facette, soit

une vingtaine de micromètres. À cette incertitude s'ajoute l'incertitude liée à la détermination du diamètre de l'éprouvette, ce qui impacte la détermination de son centre, qui est du même ordre. Nous n'avons pas estimé précisément l'incertitude cumulée sur la position. Cependant, pour une variation de $40\ \mu\text{m}$ de la position du site à $1,2\ \text{mm}$ (distance à l'axe de l'éprouvette la plus grande observée, qui correspond à la zone de plus fort gradient), la contrainte critique varie d'environ $14\ \text{MPa}$.

2.3 Relation entre les contraintes critiques, les propriétés mécaniques et les paramètres de traitement thermique

2.3.1 Relation avec les paramètres de traitement thermique

Les contraintes critiques de clivage obtenues sont représentées sur la figure 4.18. La contrainte critique augmente avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement. La dispersion des valeurs est importante pour toutes les conditions, elle est minimale pour le refroidissement à $150\ ^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ (environ $200\ \text{MPa}$) et semble augmenter avec la vitesse de refroidissement (environ $500\text{-}600\ \text{MPa}$ pour les refroidissements à $2000\ ^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ et $8000\ ^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$). L'augmentation de la durée de revenu provoque un abaissement de la contrainte critique mais ne semble pas affecter la dispersion des valeurs. Ces observations se retrouvent pour la moyenne et l'écart-type de la distribution de contraintes critiques (tableau 4.6). L'augmentation de la température d'essai semble conduire à l'augmentation de la contrainte critique pour les deux refroidissements les plus rapides à iso-revenu. Nous observons en revanche pour le traitement thermique avec un revenu prolongé que le changement de la température d'essai ne semble pas avoir d'impact.

La déformation critique locale reste, quant à elle, assez stable envers la vitesse de refroidissement. La durée du revenu semble la faire diminuer. Les observations pour la température d'essais restent les mêmes que pour la contrainte critique.

Nous noterons que les valeurs trouvées sont cohérentes avec celles que l'on peut trouver dans la littérature (WU et al., 2014; CHEKHONIN et al., 2023).

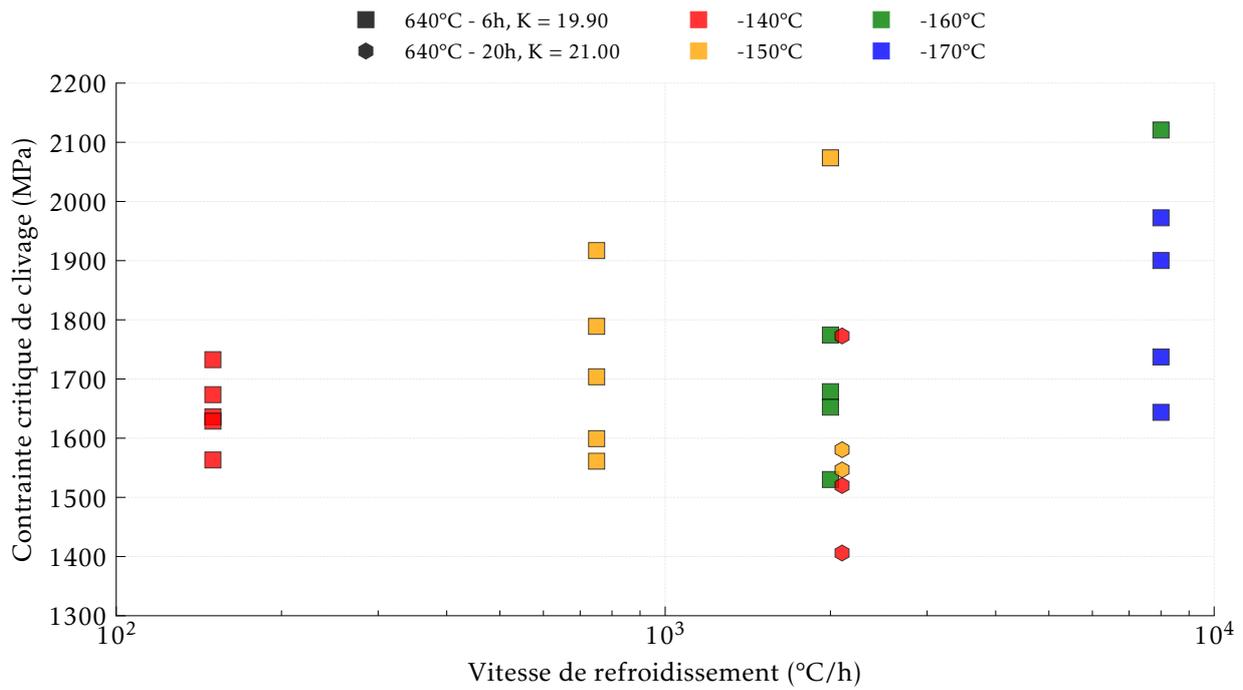


FIGURE 4.18 – Évolution de la contrainte critique de clivage en fonction des paramètres de traitement thermique.

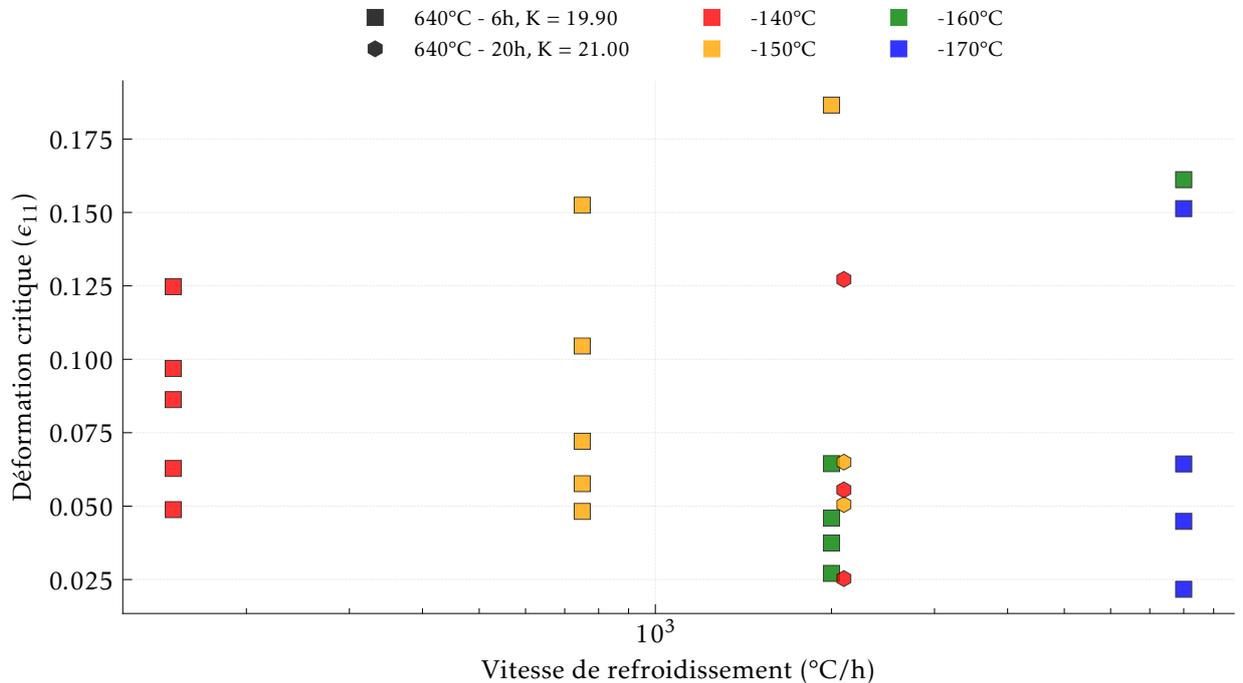


FIGURE 4.19 – Évolution de la déformation axiale critique de clivage en fonction des paramètres de traitement thermique.

La contrainte critique de clivage est représentée en fonction de la déformation axiale critique au même endroit sur la figure 4.20. Comme l'avaient déjà observé S. RENEVEY et al. (1996),

| Refroid. (°C · h ⁻¹) | K | Contrainte critique de clivage moyenne (MPa) | Écart-type (MPa) | Déformation moyenne critique |
|-------------------------------------|-------|--|------------------|------------------------------|
| 8000 | 19.90 | 1874 | 169 | 0.089 |
| 2000 | 19.90 | 1742 | 183 | 0.072 |
| 800 | 19.90 | 1714 | 129 | 0.087 |
| 150 | 19.90 | 1647 | 56 | 0.084 |
| 2000 | 21.00 | 1565 | 119 | 0.065 |

TABLE 4.6 – Contraintes critiques moyennes de clivage pour chaque microstructure étudiée.

la contrainte critique est une fonction croissante de la déformation. En normalisant la contrainte critique par la résistance mécanique, nous obtenons une relation commune à tous les traitements thermiques. Cette normalisation fonctionne également avec la limite d'élasticité. Nous retrouvons ici la loi de comportement et le découplage de la position radiale avec les conditions locales à rupture.

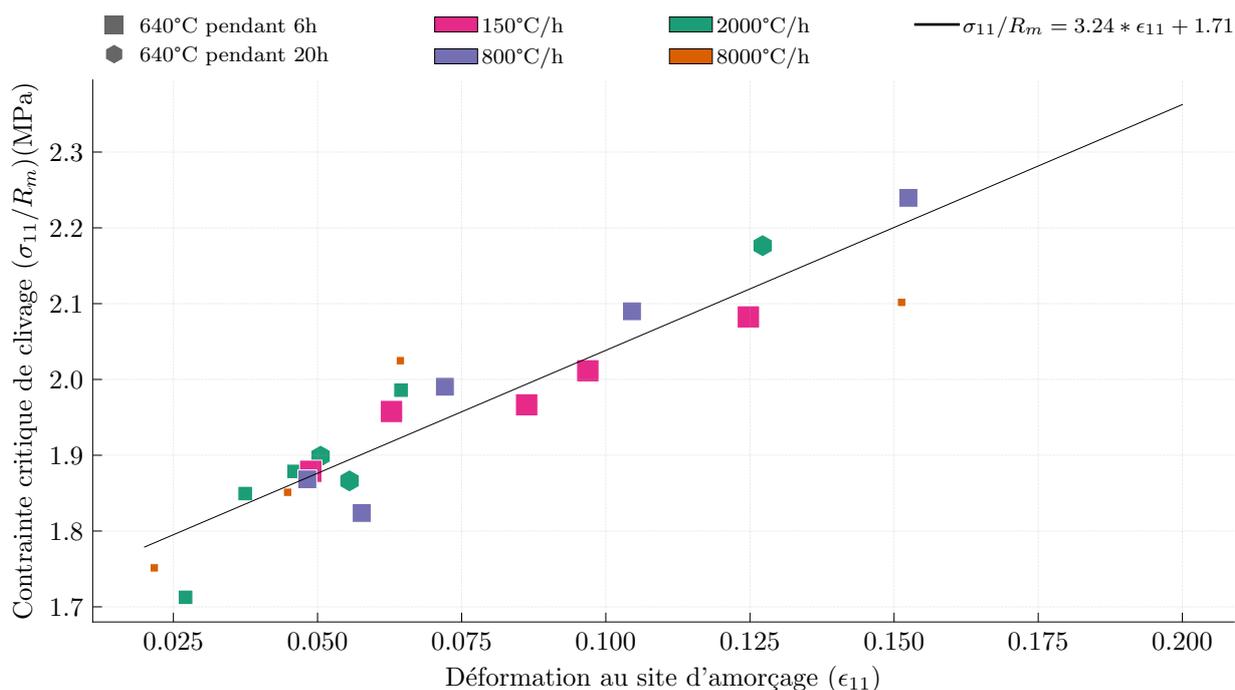


FIGURE 4.20 – Évolution de la contrainte critique de clivage normalisée par la résistance mécanique en fonction de la déformation au site d'amorçage du clivage et des paramètres de traitement thermique.

2.4 Différences entre les contraintes critiques de clivage déterminées dans cette campagne et celles du Load Diagram

Nous pouvons aussi comparer les valeurs de contraintes critiques estimées avec l'équation 3 avec les valeurs de contraintes critiques déterminées avec les éprouvettes de traction entaillées

(figure 4.21). Nous observons que les contraintes trouvées semblent présenter une relation linéaire. Cependant l'incertitude de mesure associée à la dispersion des contraintes critiques expérimentales et l'approximation faite lors de l'analyse avec la méthode du Load Diagram ne nous permettent pas de définir une relation claire entre ces deux grandeurs. De plus, les volumes de "process" sollicités lors de ces deux essais sont différents. L'approche du Load Diagram pourrait également être adaptée en fonction du comportement du matériau (qui change notamment avec la vitesse de sollicitation). Cette méthode mérite néanmoins d'être approfondie. En effet, si cette relation se confirmait, nous disposerions d'un outil basé sur un essai classique pour estimer la contrainte critique de clivage.

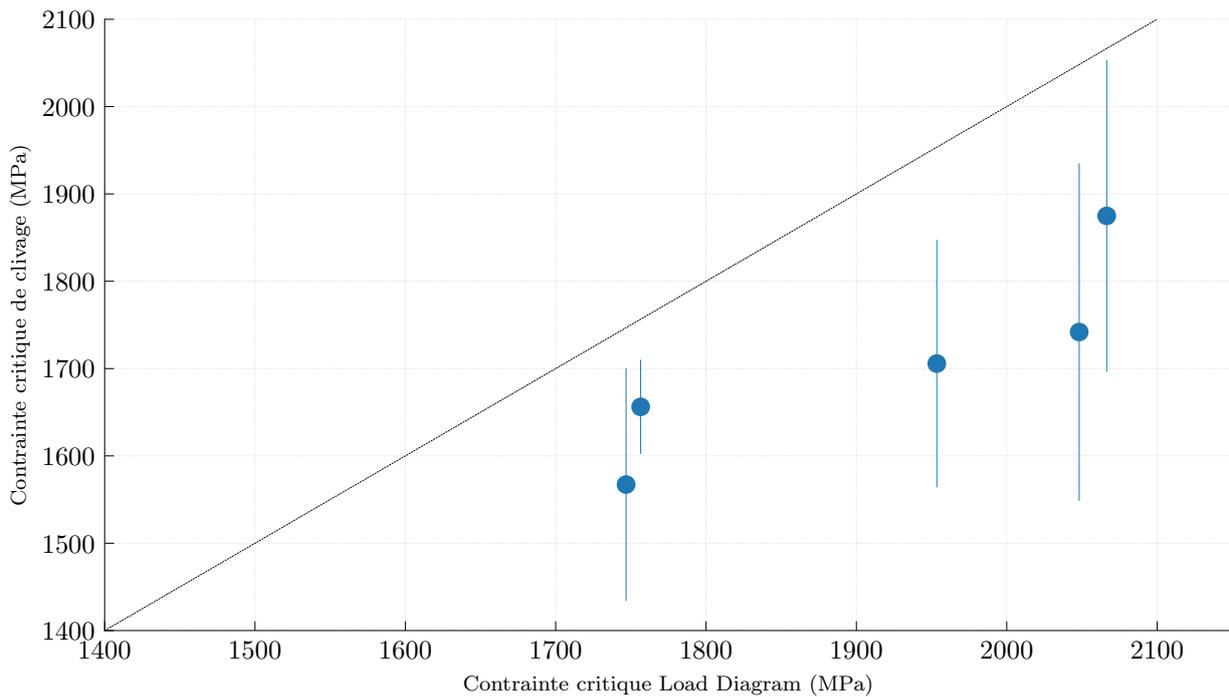


FIGURE 4.21 – Relation entre la contrainte critique déterminée sur éprouvettes de traction entaillée et contrainte critique estimée par la méthode du Load Diagram à partir des essais de résilience. Les barres d'erreurs représentent l'écart-type associé à la distribution des contraintes critiques déterminées pour chaque éprouvette.

2.4.1 Relation entre contraintes critiques, température et comportement élastoplastique

Nous avons pu observer que la contrainte critique semblait être corrélée avec les paramètres de traitement thermique. La figure 4.22 relie la contrainte critique, les propriétés de traitement thermique et la limite d'élasticité, qui ne semblent pas être corrélée entre elles. La mise en relation de ces deux grandeurs reste cependant délicate. En effet, la vitesse de refroidissement détermine la microstructure et le comportement du matériau (limite d'élasticité). Cependant, si l'on considère que la contrainte critique ne dépend pas de la température et qu'elle dépend donc uniquement de la microstructure, nous retrouvons donc cette relation qui traduit en réalité une dépendance microstructurale de la contrainte et de la limite d'élasticité.

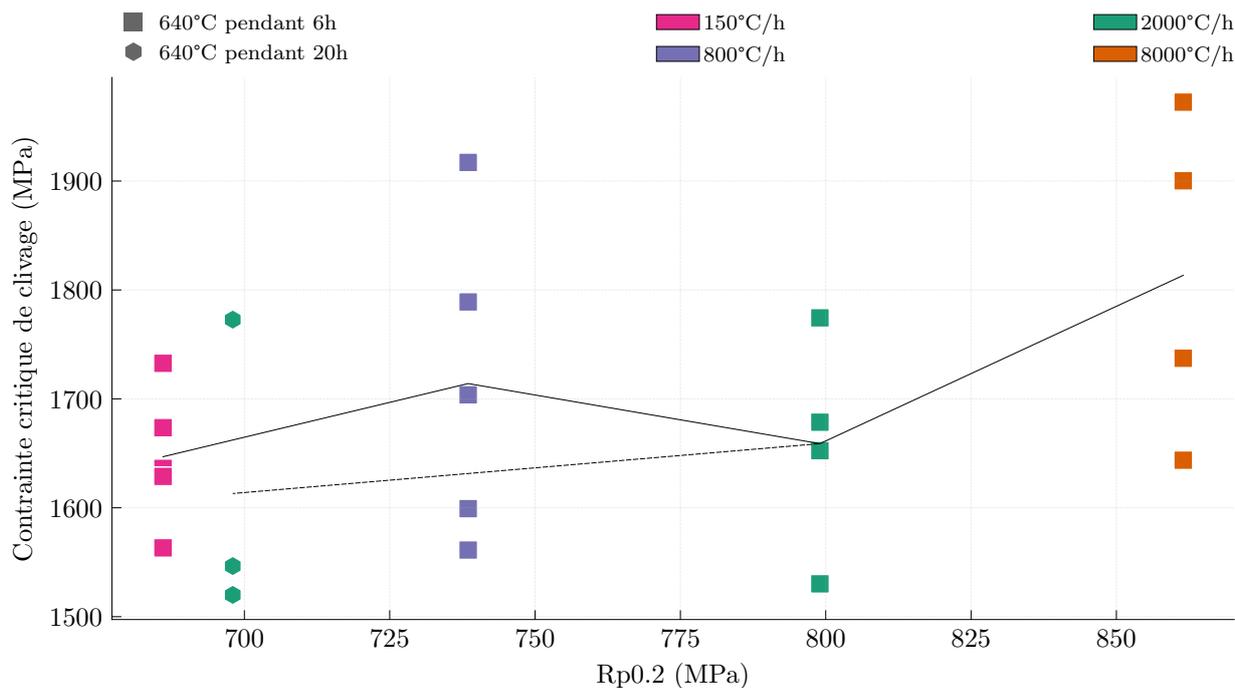


FIGURE 4.22 – Évolution de la contrainte critique de clivage en fonction de la limite d'élasticité et des paramètres de traitement thermique. Seule la température où nous disposons de la valeur de $R_{p0.2}$, c'est-à-dire la température où le plus grand nombre d'essais ont été réalisés par traitement thermique, a été utilisée par traitement.

2.4.2 Relation entre contraintes critiques et température de transition

Sur la figure 4.23, nous observons une corrélation de la contrainte critique avec la température de transition T_{41J} . Cette corrélation permettrait d'expliquer les différences de températures de transition entre les traitements thermiques. En effet, pour atteindre des contraintes critiques et déclencher le clivage sans que le matériau s'endommage de manière ductile significativement, la température doit diminuer afin d'élever le niveau de contraintes, à limite d'élasticité donnée. Les microstructures qui présentent des contraintes critiques de clivage plus élevées ont donc une température de transition plus basse. Par ailleurs, nous ne nous intéressons qu'à la température de transition et non au palier ductile car cette dernière propriété est uniquement contrôlée par la rupture ductile.

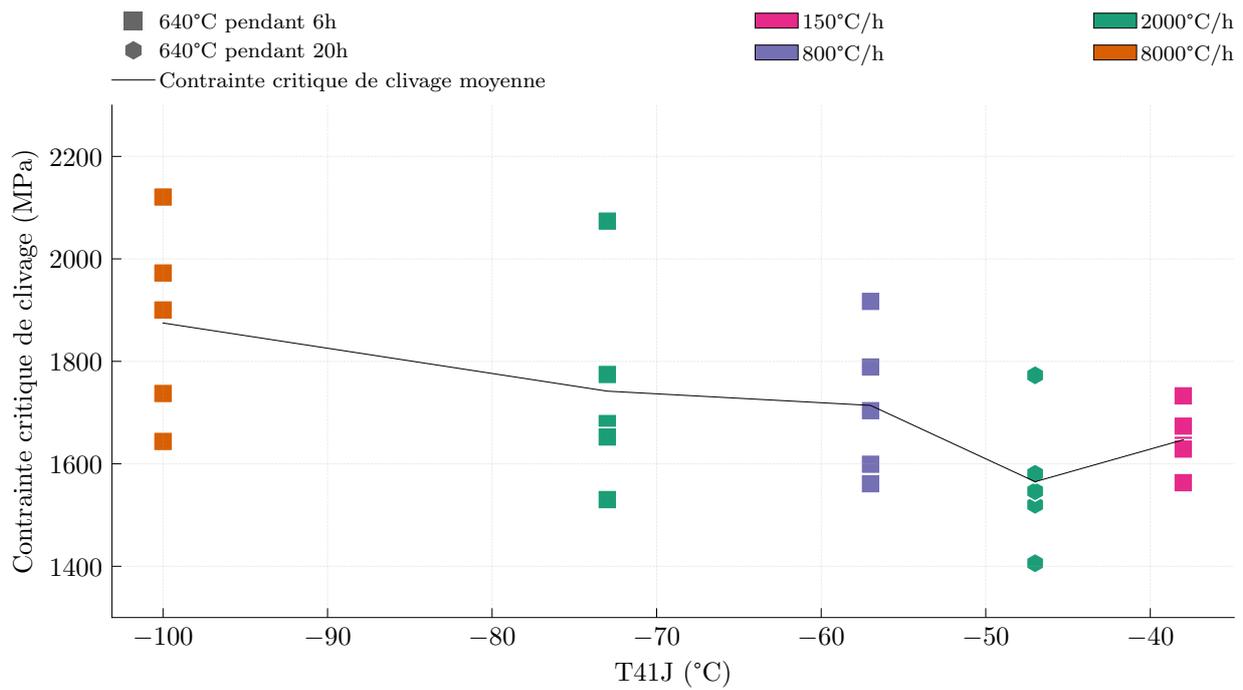


FIGURE 4.23 – Évolution de la contrainte critique de clivage en fonction de la température de transition T_{41J} et des paramètres de traitement thermique.

Ces relations ne nous expliquent pas en revanche l'origine de cette différence de contrainte critique. Il nous faut également bien distinguer les grandeurs : nous avons déterminé la valeur du champ de contraintes au niveau du site d'amorçage mais pas la valeur de contrainte critique σ_c associée à l'amorce et au mécanisme physique de rupture à l'échelle des microfissures. Par ailleurs, la notion d'amorçage et de niveau de contrainte de l'amorçage est à étudier en prenant en compte le comportement. En effet, les microstructures plus trempées présentent une limite d'élasticité plus élevée et donc le niveau de contraintes au moment du début de l'endommagement du matériau sera plus haut. Cependant, dans le cas de cette campagne d'essais, toutes les éprouvettes présentent un niveau significatif de déformation. En supposant que la contrainte critique ne dépend pas de la température, si les sites d'amorçage avaient présenté les mêmes contraintes critiques, nous aurions dû voir des différences notables en termes de déformation avant rupture et de positionnement des sites sur le faciès de rupture, ce qui n'est pas le cas.

Conclusions de la section

Les contraintes critiques de clivage ont été déterminées dans le cas de cinq microstructures au travers d'une campagne d'essai sur éprouvette de traction entaillée couplée à une simulation par éléments finis des essais. Les contraintes critiques ainsi déterminées varient avec la vitesse de trempe : plus la vitesse de refroidissement est élevée plus les contraintes critiques ont tendance à augmenter. Cette relation se retrouve également pour les propriétés mécaniques. Notamment la température de transition T_{41J} est corrélée négativement avec la contrainte critique. Cette étude nous permet de faire un premier lien entre les propriétés macroscopiques et l'état de contrainte local.

3 Application d'un modèle d'Approche Locale aux résultats expérimentaux

Objectifs de la section

Nous avons déterminé dans la première section de ce chapitre les contraintes critiques de clivage à l'aide d'une campagne d'essais sur éprouvettes de traction entaillées. Bien que nous ne disposions que d'un faible nombre d'éprouvettes par température et par microstructure, nous appliquons à ces données un modèle de Beremin afin de les replacer dans le contexte de l'Approche Locale.

Nous avons pu déterminer les contraintes critiques sur une série d'éprouvettes de traction entaillée. Nous allons à présent tenter de modéliser, par le modèle de Beremin, le comportement en rupture fragile de ces éprouvettes. Il faut garder à l'esprit que cette modélisation reste très simplificatrice et grossière au vu du faible nombre d'éprouvettes (5 au maximum) dont nous disposons par microstructure. Cela nous permet néanmoins de replacer cette étude dans le contexte de la modélisation de la rupture fragile des aciers de cuve par l'Approche Locale.

Nous avons pu voir au chapitre 1 que la modélisation par Beremin revient à ajuster deux paramètres (m, σ_u). Dans le cas des éprouvettes de traction entaillées, la courbe d'intérêt est la courbe $P_r = f(\Delta\Phi/\Phi_{0,r})$. La probabilité de rupture est déterminée expérimentalement en classant les résultats d'essais par ordre croissant de réduction diamétrale relative à rupture et en associant à chacun de ces résultats la probabilité à rupture cumulée $P_r^i = \frac{i-0.5}{n}$, où i indique le i -ème résultat classé et n le nombre de mesures. Compte tenu du faible nombre de résultats expérimentaux et afin de pouvoir comparer les résultats à la littérature, nous fixons le paramètre $m = 22$. Nous verrons par la suite que ce choix de fixer une unique valeur peut être soutenu par les mécanismes de rupture observés. $m = 22$ est une valeur couramment utilisée pour les aciers de cuve. Il nous faut donc déterminer la valeur de σ_u pour les cinq microstructures. La taille caractéristique du volume V_0 est de $50 \mu\text{m}$ pour un volume $V_0 = 125\,000 \mu\text{m}^3$. Cette taille caractéristique est couramment utilisée pour ce type d'acier. De plus, notre taille de grain austénitique est d'environ $25 \mu\text{m}$ ce qui nous assure d'en avoir plusieurs dans ce volume. Nous noterons par ailleurs que cette taille correspond dans notre cas à la distance inter-inclusions ($d_i = 51 \mu\text{m}$) trouvée à la Section 3.

Les résultats de l'identification sont donnés dans le tableau 4.7. Les courbes de probabilité de rupture sont données dans les figures qui suivent (figures 4.24 à 4.28). Les valeurs de contrainte typique de clivage σ_u sont un peu plus élevées que celles obtenus par BEREMIN (1983), ce qui peut être attribué à l'amélioration des propriétés matériau depuis lors. S. RENEVEY et al. (1996) trouvent également des valeurs similaires, de l'ordre de 3000 MPa. Nous remarquons que les valeurs du paramètre σ_u sont très proches les unes des autres à l'exception de la microstructure refroidie à $8000^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, qui est par ailleurs la microstructure avec les meilleures propriétés à rupture et la contrainte critique moyenne la plus élevée, et la microstructure refroidie à $2000^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenue à 640°C pendant 20 h. Les valeurs obtenues pour cette dernière microstructure sont particulièrement basses. Compte tenu du faible nombre d'éprouvettes (5),

la distribution ne semble pas être bien adaptée pour représenter la forte dispersion.

| Refroidissement ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$) | K | Température d'étude ($^{\circ}\text{C}$) | m (fixé) | σ_u (MPa) (identifié) |
|---|-------|---|------------|---------------------------------|
| 8000 | 19.90 | -170 | 22 | 3200 |
| 2000 | 19.90 | -160 | 22 | 2930 |
| 800 | 19.90 | -150 | 22 | 2960 |
| 150 | 19.90 | -140 | 22 | 2890 |
| 2000 | 21.00 | -140 | 22 | 2460 |

TABLE 4.7 – Paramètres du modèle de Beremin déterminés pour chaque microstructure

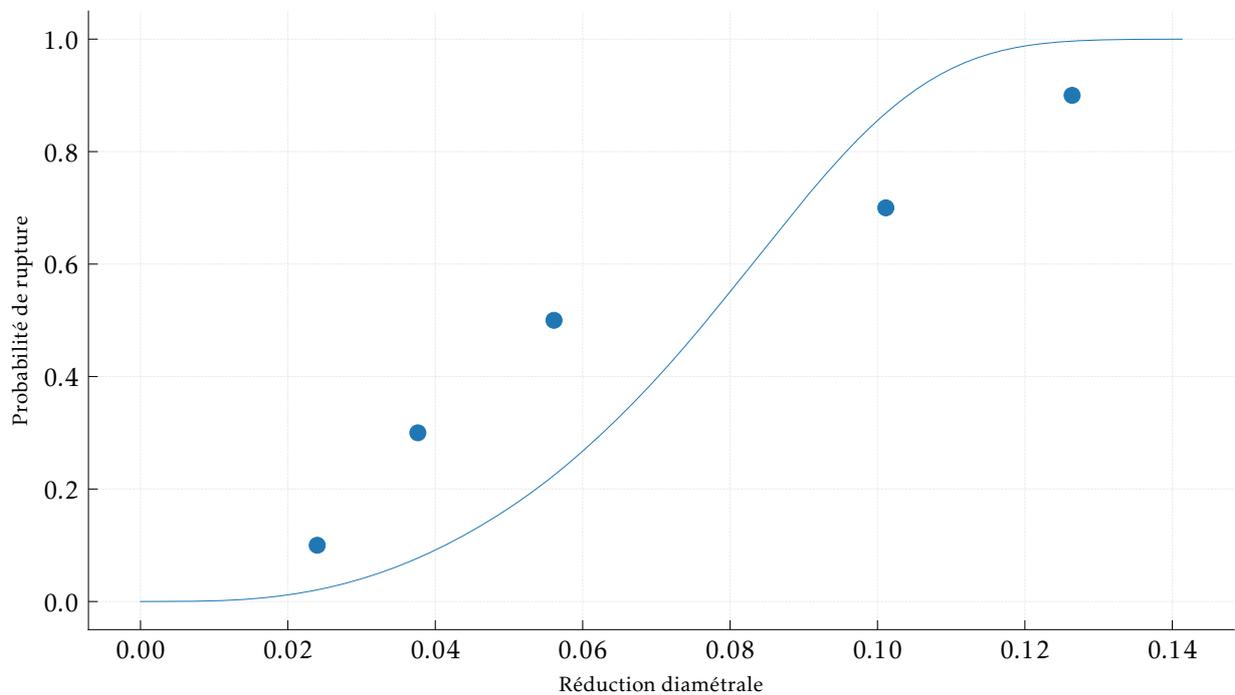


FIGURE 4.24 – Probabilité de rupture en fonction de la réduction diamétrale pour la microstructure refroidie à $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640°C pendant 6 h.

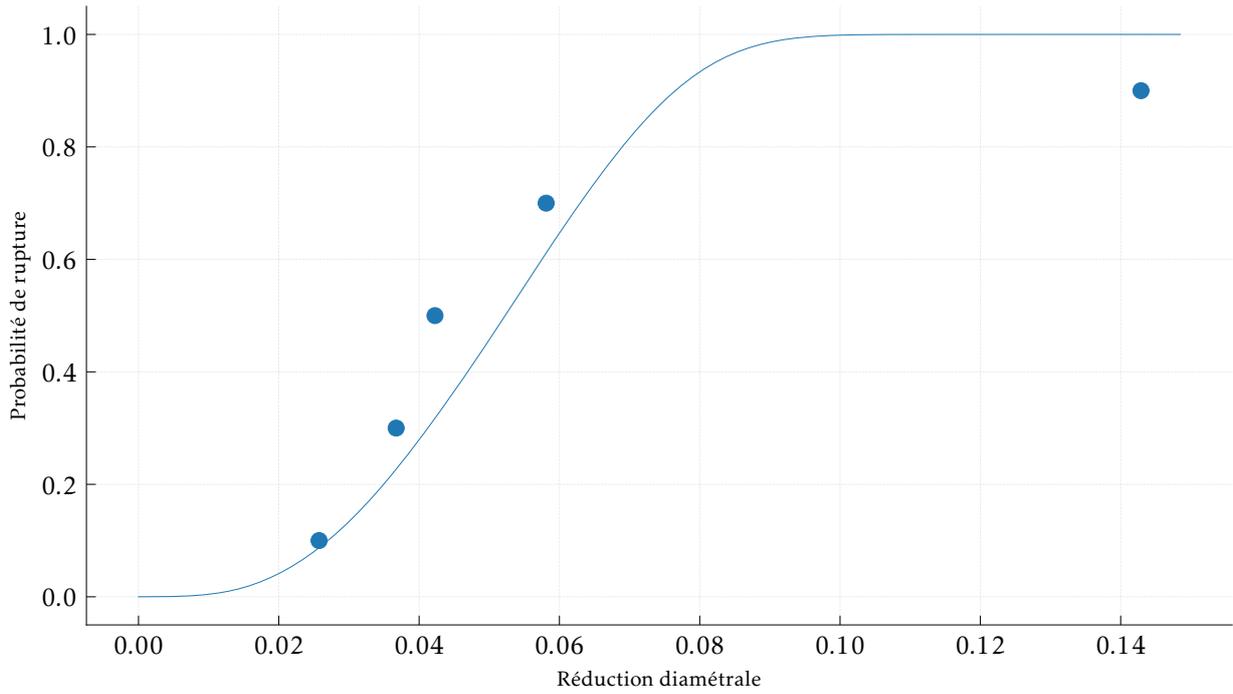


FIGURE 4.25 – Probabilité de rupture en fonction de la réduction diamétrale pour la microstructure refroidie à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 6 h.

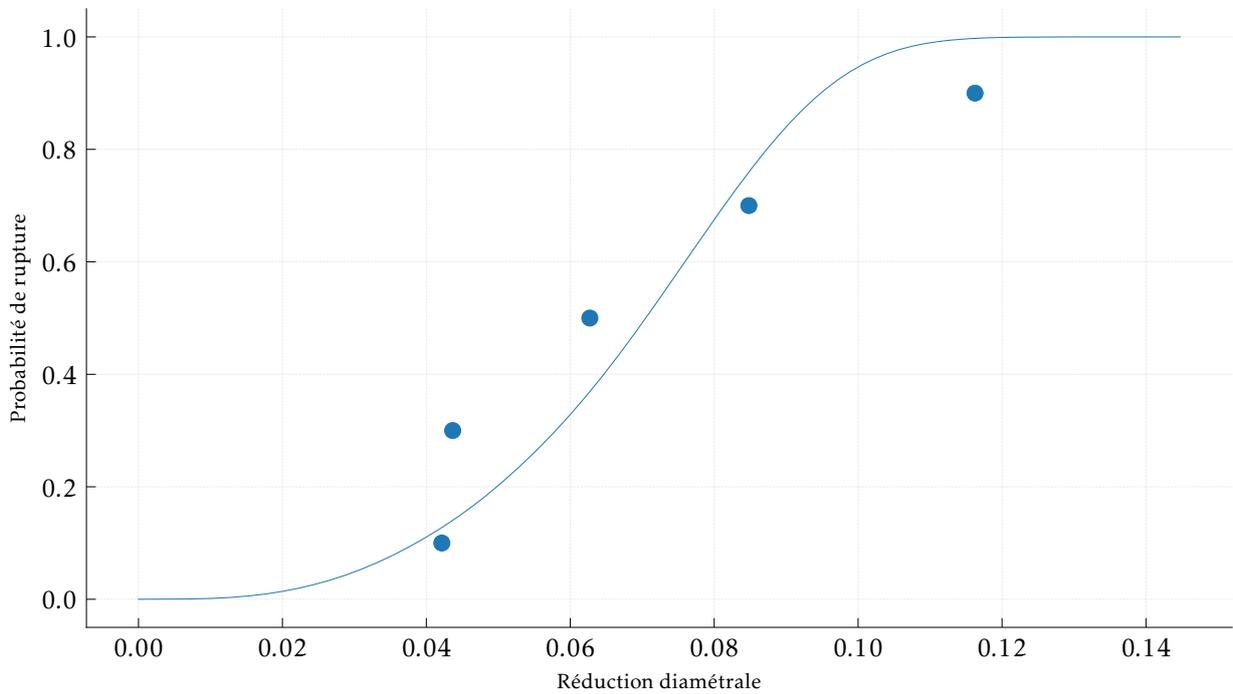


FIGURE 4.26 – Probabilité de rupture en fonction de la réduction diamétrale pour la microstructure refroidie à $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 6 h.

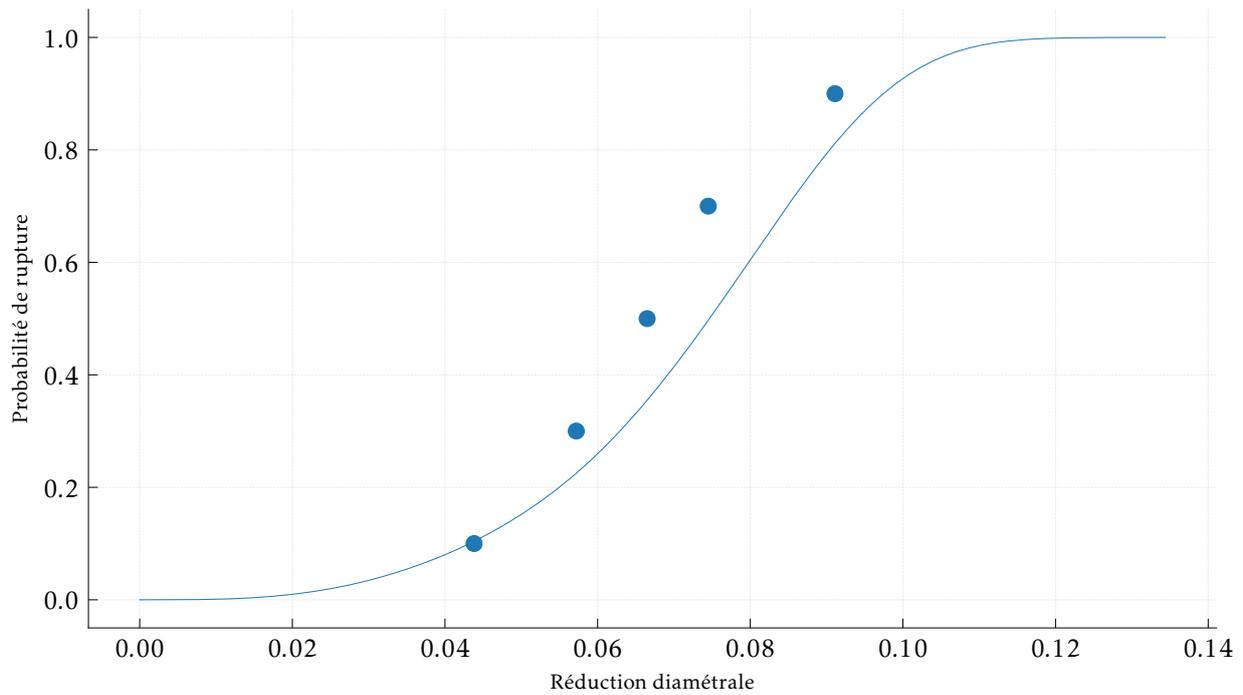


FIGURE 4.27 – Probabilité de rupture en fonction de la réduction diamétrale pour la microstructure refroidie à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 6 h.

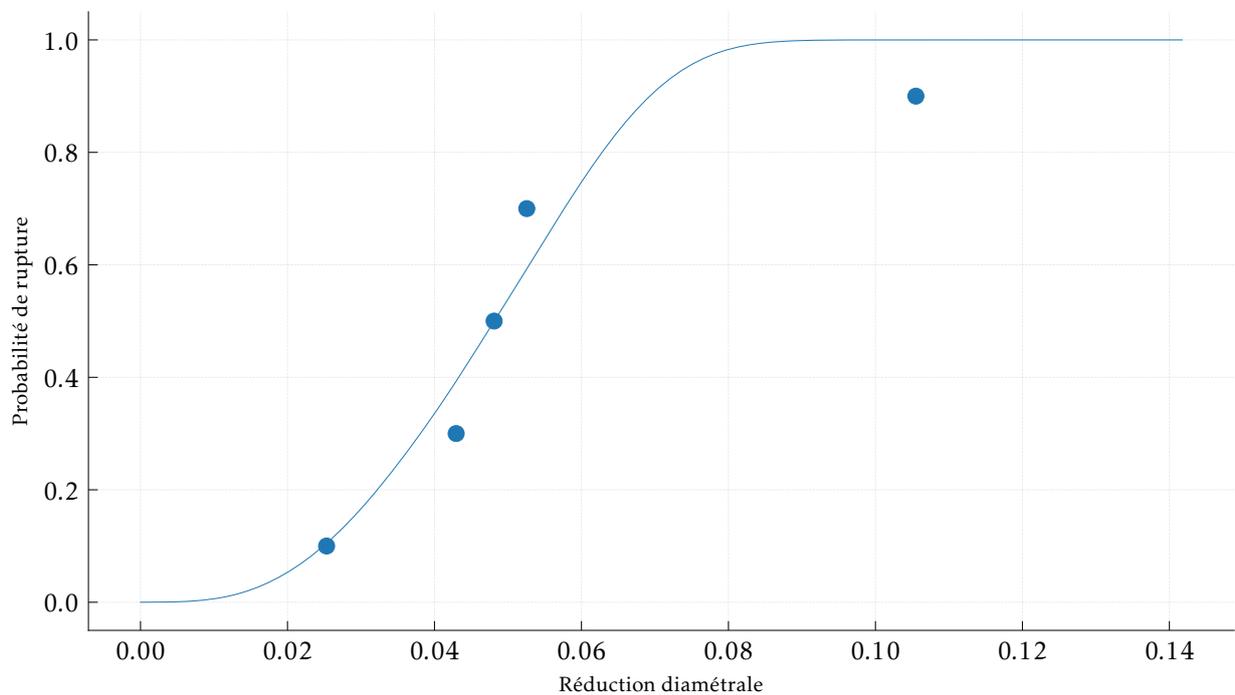


FIGURE 4.28 – Probabilité de rupture en fonction de la réduction diamétrale pour la microstructure refroidie à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenue à 640 °C pendant 20 h.

Nous avons pu déterminer un couple de paramètres (m, σ_u) pour les cinq microstructures d'études. Nous pouvons comparer sur la figure 4.29 ces valeurs aux valeurs de contraintes

critiques de clivage déterminées sur les éprouvettes entaillées et aux contraintes critiques de clivage déterminées par la méthode du Load Diagram. Nous observons une corrélation positive entre ces valeurs, bien que la relation entre les contraintes Load Diagram et les valeurs de σ_u soit moins évidente.

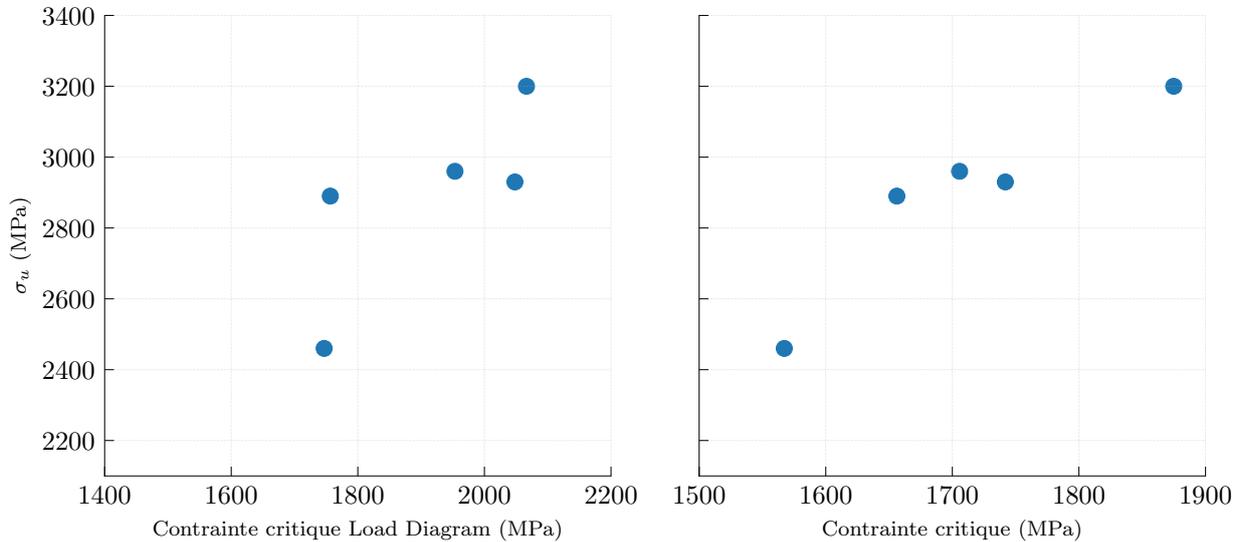


FIGURE 4.29 – Comparaisons de la contrainte σ_u avec les contraintes critiques de clivage et les contraintes critiques issues du Load Diagram.

Conclusions de la section

Dans cette section, nous avons appliqué le modèle de Beremin aux données expérimentales issues de la campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées. Les contraintes σ_u obtenues sont plutôt bien corrélées aux contraintes déterminées par éléments finis, ce qui montre la cohérence de notre approche.

Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étendu notre étude des propriétés mécaniques macroscopiques aux contraintes critiques de clivage au travers d'une campagne d'essais sur éprouvette de traction entaillée couplée à une simulation par éléments finis. Les résultats obtenus semblent notamment indiquer qu'il existe une corrélation entre la contrainte critique de clivage et la température de transition T_{41J} . Nous avons également pu explorer au travers de la méthode du Load Diagram la notion de charge critique pour les essais de résilience et la relation qui existe avec la contrainte critique de clivage. Cette méthode semble être un outil intéressant pour approfondir l'exploitation des essais de résilience. Enfin nous avons appliqué une modélisation de Beremin aux résultats obtenus sur les éprouvettes de traction entaillée. Nous avons là aussi observé une corrélation positive entre σ_u et la contrainte de clivage. Il en ressort que les 4 approches (Load Diagram, température de transition, contraintes critiques et σ_u) reflètent le même comportement à rupture. Nous allons donc enquêter sur l'origine de ces similarités au travers d'une campagne fractographique.

Bibliographie du chapitre 4

- AMZIL, A. (2021). « Compréhension et modélisation des mécanismes et des effets de géométrie dans la partie basse de la transition ductile-fragile ». Mines Paristech : PSL (cf. p. 205).
- BEREMIN, F. M. (1983). « A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel ». *Metallurgical Transactions A* 14.11, p. 2277-2287. DOI : [10.1007/BF02663302](https://doi.org/10.1007/BF02663302) (cf. p. 197, 217).
- CHAOUADI, R. et A. FABRY (2002). « On the Utilization of the Instrumented Charpy Impact Test for Characterizing the Flow and Fracture Behavior of Reactor Pressure Vessel Steels ». *From Charpy to Present Impact Testing*. T. 30. Elsevier, p. 103-117. DOI : [10.1016/S1566-1369\(02\)80011-5](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(02)80011-5) (cf. p. 189, 191).
- CHEKHONIN, Paul, Aniruddh DAS, Frank BERGNER et Eberhard ALTSTADT (2023). « Microstructural Characterisation of Brittle Fracture Initiation Sites in Reactor Pressure Vessel Steels ». *Nuclear Materials and Energy* 37, p. 101511. DOI : [10.1016/j.nme.2023.101511](https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101511) (cf. p. 211).
- FABRY, A., E. V. WALLE, R. CHAOUADI, J. P. WANNIJN, A. WERSTREPEN, J. L. PUZZOLANTE et al. (1994). « RPV Steel Embrittlement : Damage Modeling and Micro-Mechanics in an Engineering Perspective ». // Nuclear Energy Agency, 75 - Paris (France). Committee on the Safety of Nuclear Installations (cf. p. 189).
- RENEVEY, S., S. CARASSOU, B. MARINI, C. ERIPRET et A. PINEAU (1996). « Ductile - Brittle Transition of Ferritic Steels Modelled by the Local Approach to Fracture ». *Le Journal de Physique IV* 06.C6, p. C6-343-C6-352. DOI : [10.1051/jp4:1996634](https://doi.org/10.1051/jp4:1996634) (cf. p. 200, 204, 212, 217).
- RENEVEY, Stéphane (1998). « Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de la transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié ». Paris 9 Orsay (cf. p. 197, 198).
- WU, Sujun, Huijin JIN, Yanbin SUN et Luowei CAO (2014). « Critical Cleavage Fracture Stress Characterization of A508 Nuclear Pressure Vessel Steels ». *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 123-124, p. 92-98. DOI : [10.1016/j.ijpvp.2014.08.003](https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2014.08.003) (cf. p. 211).

Chapitre 5

Amorçage de la rupture fragile dans les aciers de cuve

Objectifs

Au cours des chapitres précédents, nous avons pu aborder la caractérisation du matériau d'étude et les matériaux issus des dix-huit traitements thermiques. Pour certains traitements choisis, les contraintes critiques à l'amorçage ont également été déterminées. Ces traitements thermiques présentent des propriétés à rupture différentes, notamment dans le domaine fragile. L'objectif des travaux décrits dans ce chapitre est d'étudier l'amorçage de la rupture fragile afin d'isoler les paramètres microstructuraux d'intérêt dans la rupture. En effet, l'étude bibliographique a montré que la rupture fragile semblait fortement dépendante de la microstructure. Dans le cas des aciers de cuve, dans le bas de la transition, la rupture fragile semble être contrôlée par l'étape d'amorçage de la microfissure ou de sa propagation dans les grains avoisinants. C'est d'ailleurs sur cette dernière hypothèse que sont basés la plupart des modèles d'Approche Locale, comme ceux de Beremin (BEREMIN, 1983) et les modèles affiliés. Nous prêtons donc ici une attention plus particulière à l'amorçage de la rupture fragile. Nous commencerons par présenter la méthodologie d'étude fractographique utilisée, puis nous décrirons la typologie de l'amorçage du clivage qui se dégage des observations pour enfin tenter de relier amorçage et propriétés macroscopiques. Le site d'amorçage se relie-t-il aux propriétés à rupture et/ou à la microstructure ?

Table des matières

| | | |
|-------|---|-----|
| 1 | Justification et méthodologie de l'étude fractographique | 226 |
| 1.1 | Méthodologie d'étude fractographique | 226 |
| 1.2 | Identification de la composition chimique en présence de soufre et de molybdène lors d'une analyse EDX | 231 |
| 1.3 | Description de la campagne d'expertise | 232 |
| 2 | Classification des types de site d'amorçage | 234 |
| 2.1 | Type <i>I</i> : Amorçage de la rupture fragile par un carbure | 234 |
| 2.1.1 | Description morphologique et analyse chimique des constituants au site d'amorçage | 235 |
| 2.1.2 | Étude de répliques extractives par microscopie électronique en transmission | 240 |
| 2.1.3 | Caractérisation de l'environnement cristallin de deux sites d'amorçage en EBSD | 246 |
| 2.2 | Type <i>II</i> : Amorçage de la rupture fragile par une inclusion ou un ensemble d'inclusions | 248 |
| 2.2.1 | Descriptions des différentes inclusions sur les sites d'amorçage | 248 |
| 2.2.2 | Caractéristiques générales de la rupture sur inclusion | 251 |
| 2.3 | Type <i>III</i> : amorçage sur un bord de facette déchiré de manière ductile | 252 |
| 2.4 | Type <i>IV</i> : Sites inclassifiables | 253 |
| 3 | Recherche de relation entre les mécanismes physiques d'amorçage et les propriétés mécaniques | 256 |
| 3.1 | Le type d'amorçage a-t-il un lien avec les paramètres de traitement thermique et les propriétés mécaniques? | 256 |
| 3.2 | Comparaison entre type d'amorçage et résultats d'essais individuels | 259 |
| 3.3 | Comparaison entre la taille de la particule d'amorçage et les résultats d'essais | 259 |
| 4 | Campagne d'essais de traction sur éprouvette entaillée : Recherche d'un lien entre caractéristiques du site d'amorçage et contrainte critique | 264 |
| 4.1 | Effet du type de site | 264 |
| 4.2 | Effet possible de la taille de l'amorce de clivage | 265 |
| 4.3 | Effet de la position du site d'amorçage des éprouvettes de traction entaillées | 266 |
| 4.4 | Effet de la taille de la première facette de clivage | 267 |

1 Justification et méthodologie de l'étude fractographique

Objectifs de la section

Nous décrivons ici la campagne d'étude fractographique des éprouvettes de résilience, de traction entaillées et de ténacité et la méthodologie utilisée. La bibliographie ne permet pas de dégager une unique méthodologie de bonnes pratiques communes pour l'étude fractographique du clivage des aciers dits de cuve. Nous nous efforçons dans cette section de proposer une méthodologie générale pour ce type d'aciers. En effet, l'étude systématique des différentes microstructures nous a permis de dégager une méthodologie applicable aux aciers 16 à 20MND5.

1.1 Méthodologie d'étude fractographique

Dans notre étude, nous désignons par le terme étude fractographique l'ensemble des étapes d'identification et de caractérisation du site d'amorçage y compris de la particule à l'origine de la rupture quand elle est identifiée sans ambiguïté. Nous donnons ici les règles et bonnes pratiques que nous avons pu déterminer lors de la campagne fractographique. Celles-ci peuvent ainsi servir de base à une méthode d'étude fractographique solide adaptée à ces matériaux, pouvant être partagée entre laboratoires académiques et industriels.

Observation des deux côtés de l'éprouvette : L'observation des deux faciès de rupture s'est révélée importante dans de nombreux cas pour arriver à identifier précisément le site d'amorçage. Par exemple, le site peut se trouver sur une demi-éprouvette sous un surplomb qui rend l'analyse EDS difficile ou encore, plus généralement, la localisation du site peut être plus simple sur l'un des deux faciès. La recherche indépendante du même site sur les deux faciès complémentaires permet également de s'assurer que la localisation a été faite correctement.

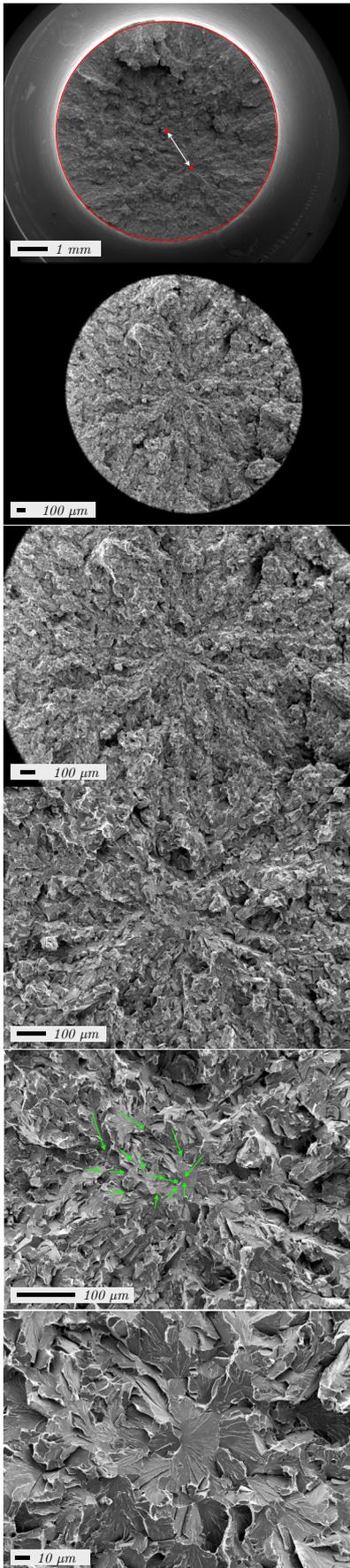
Observation des sites d'amorçage à des grossissements importants (typiquement 20000) : Certains constituants microstructuraux sont très peu contrastés sur les images en électrons secondaires. Cette exigence se couple avec la nécessité de finement régler le MEB afin d'obtenir des images exploitables à fort grossissement. Une tension et un courant minimaux couplés avec une faible distance de travail permettent de saisir les détails fins présents sur le site d'amorçage. Dans notre cas, seul le détecteur d'électrons secondaires "classique" a été utilisé. Les électrons rétrodiffusés, du fait de leur résolution spatiale moins fine, ne nous ont pas semblé pertinents pour cette étude. L'expérience montre qu'il vaut mieux privilégier la résolution spatiale au détriment de la profondeur de champ. Par ailleurs, nous avons utilisé deux jeux de réglages différents pour l'imagerie (faible intensité et petite distance de travail, environ 5 mm) et pour l'analyse EDS (forte intensité, distance de travail accrue à environ 10 mm) afin d'obtenir les meilleurs résultats possibles dans les deux conditions.

Caractéristiques de l'amorçage : Les caractéristiques de l'amorçage de la rupture fragile identifiées sur chaque demi-éprouvette sont les suivantes :

- Localisation sur la surface de rupture de l'éprouvette : position du site par rapport à l'entaille ou l'avancée ductile et par rapport aux bords latéraux.
- Nombre de sites d'amorçage : il peut exister plusieurs sites d'amorçage (à des distances front d'entaille/préfiessure/déchirure similaires) qui semblent indépendants les uns des autres. Nous étudierons le site dit primaire, c'est-à-dire le site auquel nous pouvons attribuer la plus grande surface de rupture fragile sur le faciès.
- Les traces des mécanismes physiques au voisinage de la rupture doivent également être un point d'attention : facettes de clivage transgranulaire, facettes rugueuses, facettes de rupture intergranulaire lisses, déchirure ductile.
- Localisation du site à l'échelle du grain : au sein d'une facette ou sur ses bords. Au sein de la première facette de clivage, nous pouvons remonter les rivières pour localiser précisément la zone d'amorçage (voir images x2000 ou x5000 de la figure 5.1). Comme le clivage suit une famille de plans cristallins donnée, une facette de clivage correspond donc à une entité microstructurale où la propagation du clivage est peu déviée. Les frontières des facettes sont donc révélatrices des interfaces entre grains, paquets, ... Ainsi la localisation du site peut nous donner des indices sur les éléments cristallographiques qui impactent le clivage et des pistes pour une future modélisation. En effet, les conditions de rupture ne sont pas les mêmes au sein d'un grain ou dans un joint. La nature du joint est également importante, la précipitation pouvant différer en fonction du type de joint (joint de paquets, ancien joint de grain austénitique, ...). Comme nous le verrons au paragraphe 2.1.3, l'étude des frontières de facettes peut être approfondie à l'aide de l'EBSD.
- Estimation de la taille de la particule au site d'amorçage. Cette mesure est faite en ajustant une ellipse à l'amorce après en avoir défini le contour à la main. Nous utilisons comme grandeur de mesure le diamètre équivalent qui correspond à la moyenne des deux axes de l'ellipse.
- Estimation de la taille de la première facette de clivage. La méthodologie de mesure est la même que pour l'amorce. Cette mesure est très approximative dans la mesure où il est difficile de définir de manière certaine les contours de la première facette de clivage. Les images au grandissement 1000 de la figure 5.1 montre un exemple de cette mesure. Notre étude ne s'est pas attachée à approfondir cet aspect, notamment au vu des résultats présentés plus loin.
- Composition chimique du site d'amorçage : une cartographie ou des pointés EDX ont été réalisés de manière quasi-systématique. Cependant, il nous semble nécessaire, suite à l'expérience acquise, de privilégier les pointés, compte tenu des dimensions des objets analysés. Les cartographies, bien que plus visuelles, ne sont en général pas assez résolues dans le cas de petites entités microstructurales comme des carbures. L'augmentation du temps d'acquisition rend l'étude systématique plus coûteuse et difficile du fait de la tendance à la "dérive" du faisceau causée par ce type de matériau. Les pointés devraient être réalisés sur tous les éléments morphologiques saillants en imagerie (voir image x20000 de la figure 5.1) du site d'amorçage. Par ailleurs il est

important que ces pointés soient doublés d'un pointé le plus proche possible sur la matrice avoisinante dont le spectre servira de référence afin de détecter des variations de composition. L'emplacement du pointé de référence devra être choisi également en fonction de la position du détecteur et de l'angle de la facette où le premier pointé aura été fait pour minimiser les biais de mesure lors des comparaisons de pointés du site. En cas de mauvaise orientation pour l'analyse, nous avons utilisé l'autre faciès de rupture de l'éprouvette et si l'observation n'était également pas possible, l'éprouvette a été tournée dans une position plus favorable.

- Particules d'amorçage. La particule est-elle présente des deux côtés de l'éprouvette ? L'interface particule/matrice ou bien la particule est-elle fissurée ? La nature du site d'amorçage est déterminée par la combinaison de plusieurs facteurs. L'analyse chimique par EDX permet l'identification rapide des constituants. La morphologie est également un indice important : les inclusions de TiN présentent en général une forme parallélépipédique et sont toujours adhérentes avec la matrice, tandis que les inclusions de MnS sont de forme ovoïde et sont souvent détachées de la matrice sur les surfaces de rupture. L'emplacement des particules d'amorçage par rapport à la matrice est également important. Ainsi, les joints de grains sont notamment un emplacement privilégié de l'amorçage par des carbures comme nous le verrons par la suite.



Vue Macro

Localisation de l'amorçage sur le faciès

1 site d'amorçage

x30

x50

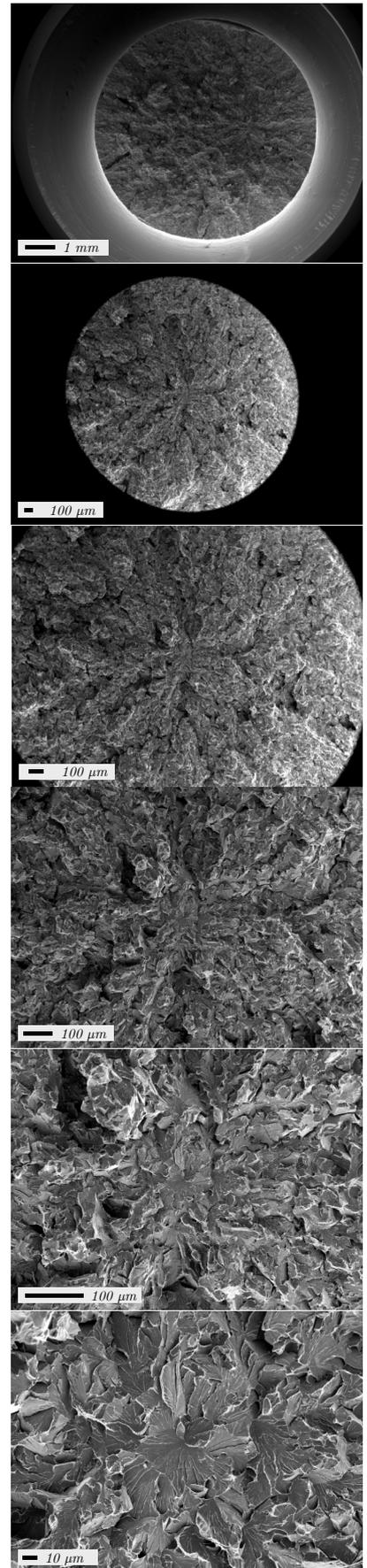
x100

x200

Étude de la convergence des rivières de clivage vers le site d'amorçage

x500

Aperçu de l'environnement proche du site de clivage



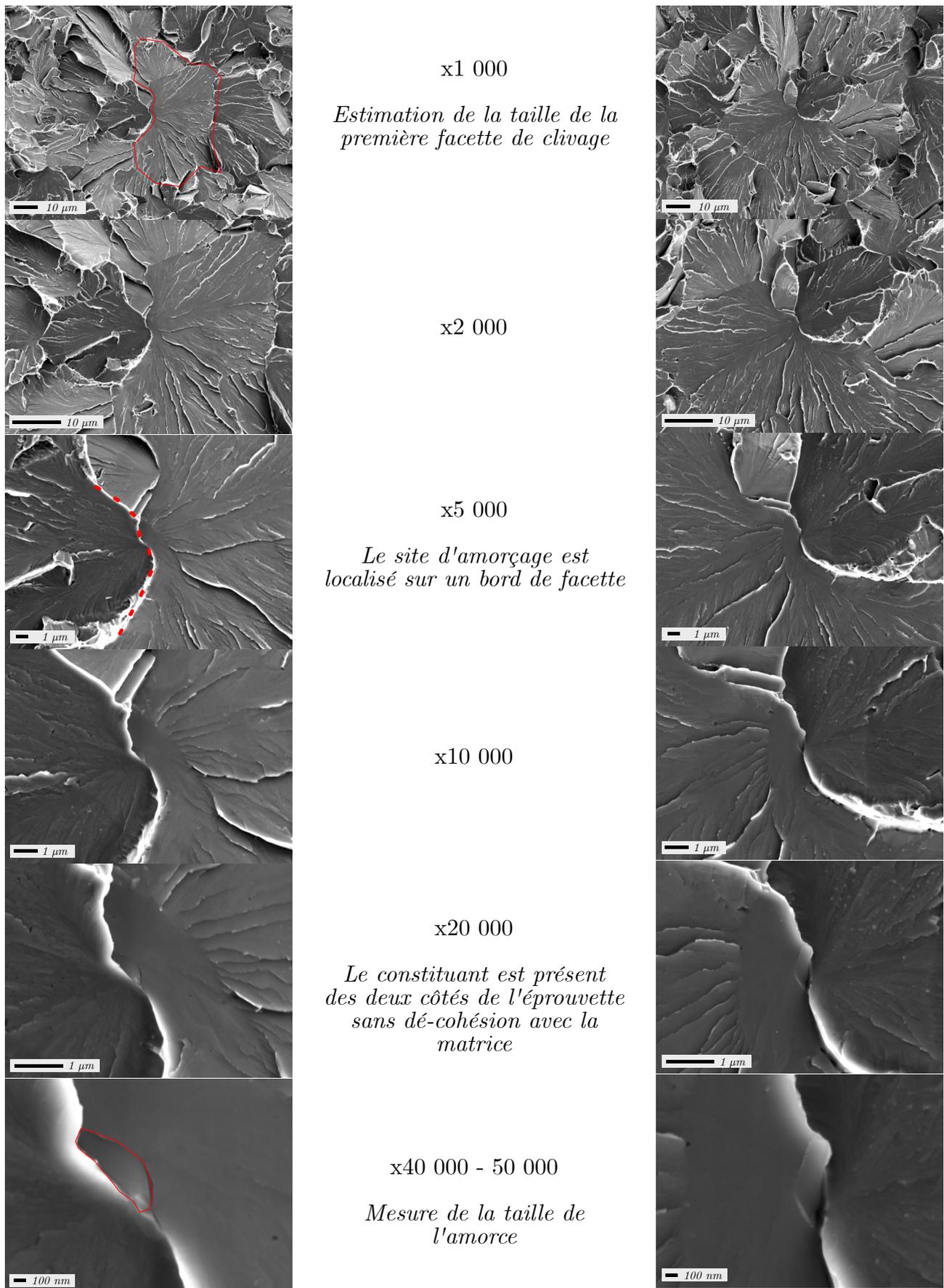


FIGURE 5.1 – Illustration de la démarche d'analyse fractographique. Les grandissements successifs permettent l'observation du site d'amorçage à différentes échelles et de remonter à l'échelle macroscopique pour le localiser sur le faciès de rupture. Éprouvette de traction entaillée testée à -150°C Traitement thermique : refroidissement à $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 6 h.

1.2 Identification de la composition chimique en présence de soufre et de molybdène lors d'une analyse EDX

Un élément clé dans la campagne de fractographie qui a été menée est la distinction qui a été faite entre le soufre et le molybdène à partir d'un spectre EDX. En effet, ils présentent des raies d'émission très proches l'une de l'autre (Raie K_{α} du soufre à 2,307 keV et raie L_{α} du molybdène à 2,293 keV) et ces deux éléments sont présents dans la composition chimique du matériau, y compris dans des particules à l'origine du clivage. La résolution spectrale des anciens détecteurs ne permettait pas de distinguer ces deux éléments. Cependant l'étude plus précise des spectres, mesurés avec des détecteurs récents, montrent qu'en se basant sur les raies secondaires, il est possible de différencier ces deux éléments. En effet, comme sur la figure 5.2 et sur la figure 5.3, dans le cas du molybdène, la raie secondaire ($L_{\beta 1}$ à 2,393 keV) est proche de la raie principale ($L_{\alpha 1}$ à 2,292 keV) et cause l'apparition d'un pic présentant un épaulement à droite. Dans le cas du soufre, la raie secondaire ($K_{\alpha 1}$ à 2,465 keV) est plus éloignée et cause donc l'apparition d'un pic distinct du pic $K_{\alpha 1}$ à 2,310 keV. De plus, l'étude précise de cette zone du spectre montre bien que l'épaulement du pic du molybdène est bien situé au niveau de la raie correspondante du molybdène et pas du tout au niveau de la raie K_{α} du soufre (et de même pour le pic secondaire du soufre).

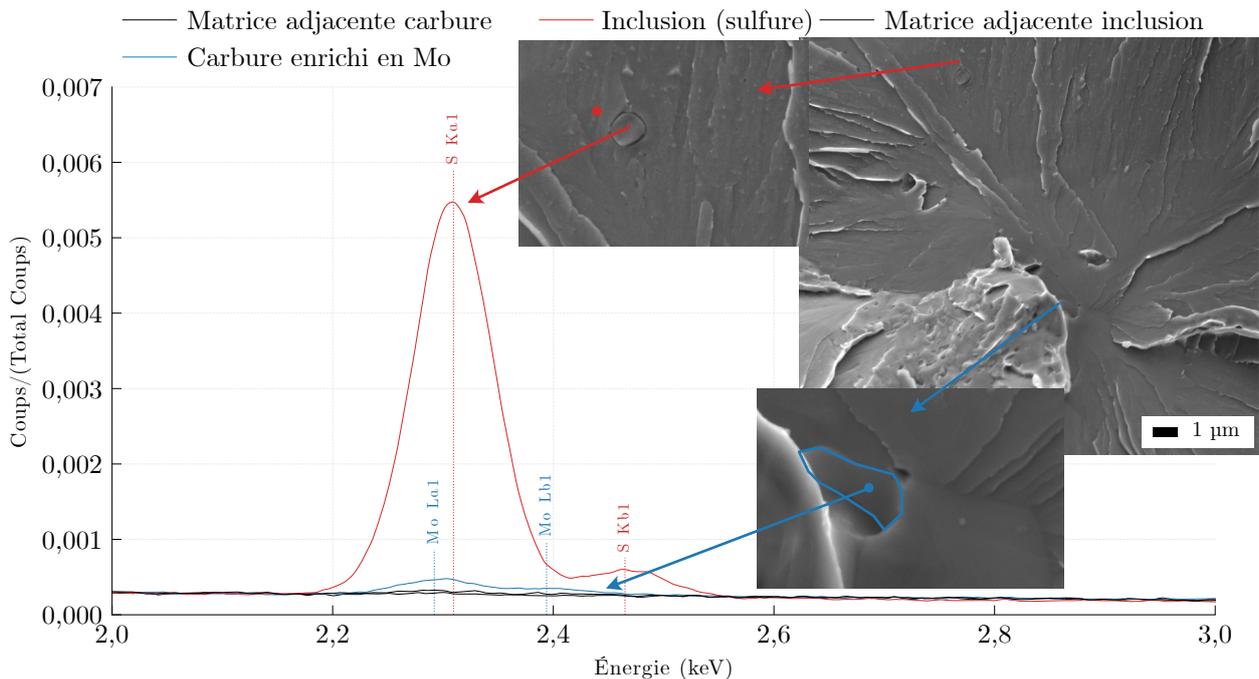


FIGURE 5.2 – Illustration de la différence entre le signal du soufre et celui du molybdène sur un spectre EDX. Dans le cas présent, le composé est enrichi en soufre et non en molybdène. Éprouvette de ténacité. Traitement thermique : refroidissement à $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et revenu à 640°C pendant 20 h.

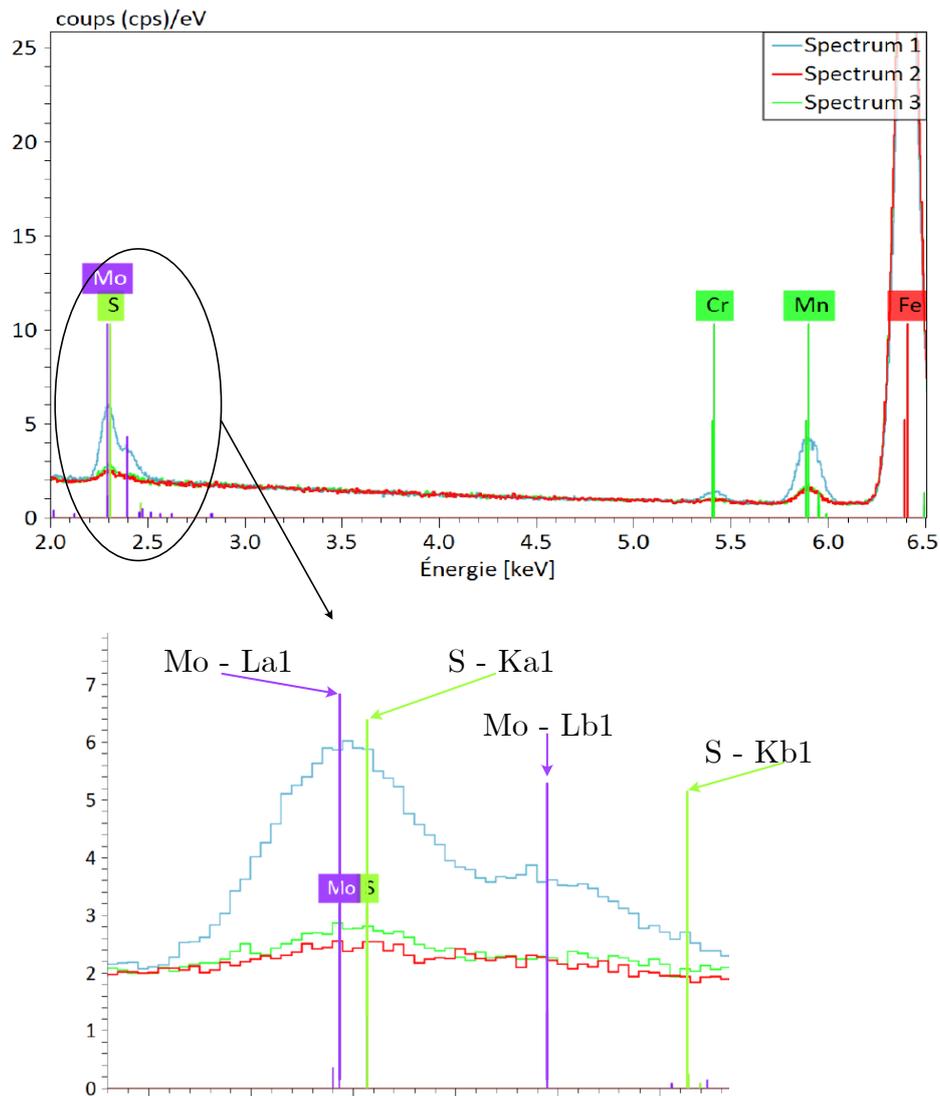


FIGURE 5.3 – Illustration de la différence entre le signal du molybdène et celui du soufre sur un spectre EDX. Dans le cas présent, le composé est enrichi en molybdène et non en soufre. Sorti directe du logiciel EDX.

1.3 Description de la campagne d'expertise

Comme décrit dans le chapitre 1, la rupture fragile des aciers d'étude est surtout faite de clivage transgranulaire. Ce mode de rupture présente une morphologie spécifique, en "rivières", qui rend possible l'identification du point d'amorçage de la rupture. Nous allons chercher ici à comprendre si l'amorçage de la rupture fragile permet d'expliquer les variations de propriétés à rupture observée dans le but de les relier à la microstructure et aux propriétés mécaniques associés.

Afin de déterminer le rôle de la microstructure sur l'amorçage de la rupture fragile, une étude fractographique complète a été menée sur les éprouvettes de résilience dans le domaine fragile ($KV < 80$ J), sur les éprouvettes de traction entaillées utilisées pour déterminer les contraintes critiques de clivage (Voir chapitre 4) et sur certaines éprouvettes de ténacité afin de confirmer les observations faites sur les premières éprouvettes pour un total de 124 éprouvettes observées (voir tableau 5.1).

La plupart (85 %) des éprouvettes ont été observées sur les deux faciès, soit environ 220 observations au total. Toutes les éprouvettes de résilience dans le domaine fragile ont été observées. Ce domaine peut être défini de manière empirique comme étant celui où l'énergie absorbée par les éprouvettes est inférieure à 80 J, cela correspond également à la limite (approximative), au-delà de laquelle les éprouvettes ne sont plus complètement rompues à la suite de l'essai. Les essais de traction sur éprouvettes entaillées ont tous été réalisés dans le domaine fragile. La plupart des éprouvettes de ténacité observées ont des valeurs de ténacité proches de $100 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ du fait de la mise en œuvre des essais par la méthode de courbe maîtresse "Fracture Toughness Master Curve" pour la détermination de la température de référence (T_0).

Toutes les éprouvettes présentent des facettes de clivage transgranulaire. Il a été observé dans de très rares cas des facettes de rupture intergranulaire et jamais au niveau des sites d'amorçage. Quelques éprouvettes de résilience présentent plusieurs sites d'amorçage mais la grande majorité n'en comportent qu'un seul. Les éprouvettes de traction entaillées présentent systématiquement un seul site d'amorçage. Les éprouvettes de ténacité peuvent en présenter plusieurs à très basse température ($T_0 - 25^\circ\text{C}$) mais présentent un unique site d'amorçage aux températures d'étude (supérieures ou égales à T_0).

| Type d'éprouvette | Résilience | Traction entaillée | Ténacité |
|--------------------------------|------------|--------------------|----------|
| Nombre d'éprouvettes observées | 87 | 25 | 12 |

TABLE 5.1 – Nombre d'éprouvettes étudiées en fractographie.

Conclusions de la section

Nous avons pu dans cette section définir les bonnes pratiques associées à l'analyse fractographique des 124 faciès de rupture. Nous allons pouvoir à présent détailler les résultats de la campagne d'analyse.

2 Classification des types de site d'amorçage

Objectifs de la section

À partir des résultats fractographiques individuels, nous cherchons à établir une typologie des sites observés en dégagant leurs caractéristiques communes. Cela nous permettra notamment d'établir s'il existe une variabilité du mode d'amorçage en fonction des paramètres de traitement thermique et donc de la microstructure résultante.

L'étude a permis de dégager un nombre restreint de types de sites d'amorçage que nous pouvons regrouper en trois grandes catégories :

- Type *I* : Amorçage sur un carbure sur un bord de facette.
- Type *II* : Amorçage par une inclusion avec une localisation intergranulaire ou intragranulaire.
- Type *III* : Amorçage sans aucune particule visible en bord de facette.

Un quatrième type regroupe les sites où il n'a pas été possible d'expertiser le site d'amorçage.

Il est important de remarquer que cette typologie de sites d'amorçage est commune à toutes les microstructures. Comme nous le verrons à la section suivante, les proportions de ces différents types varient mais sont observés sur toutes les microstructures.

2.1 Type *I* : Amorçage de la rupture fragile par un carbure

Le cas le plus courant d'amorçage (tableau 5.2) correspond à l'amorçage de la rupture fragile par une particule, localisé systématiquement en bord de facette de clivage. Nous considérons que cette particule est un carbure pour plusieurs raisons : sa composition chimique exclut qu'il puisse s'agir d'une inclusion non métallique rencontrée dans ce type d'acier, elle est localisée systématiquement dans un joint (ce qui n'est pas le cas des inclusions) et sa composition et sa morphologie irrégulière sont typiques d'un carbure. Nous détaillerons ces raisons dans les paragraphes qui suivent. Ce type d'amorçage n'a pas été observé auparavant, si ce n'est dans une étude très récente de CHEKHONIN et al. (2023). Notre étude en permet notamment la généralisation à toute une famille de microstructures et de conditions de traitement thermique et de type d'essais.

| Type d'éprouvette | Résilience | Traction entaillée | Ténacité |
|--|------------|--------------------|----------|
| Nb de Type <i>I</i> /Nb d'éprouvettes observées | 52/87 | 22/25 | 12/12 |

TABLE 5.2 – Nombre d'éprouvettes étudiées en fractographie avec un amorçage de type I.

L'observation jusqu'à des grossissements intermédiaires ne laisse pas apparaître d'entité particulière qui pourrait être à l'origine de l'amorçage. Ce n'est qu'en passant à des grossissements supérieurs à 10000 que nous pouvons observer un constituant microstructural de taille sub-micrométrique, très peu contrasté en électrons secondaires avec la matrice environnante. La figure 5.4 illustre cet aspect de ce type d'amorçage. Cette caractéristique explique également pourquoi ces constituants n'ont pas pu être observés auparavant compte tenu de l'évolution des moyens techniques à notre disposition (notamment avant l'arrivée des MEB FEG).

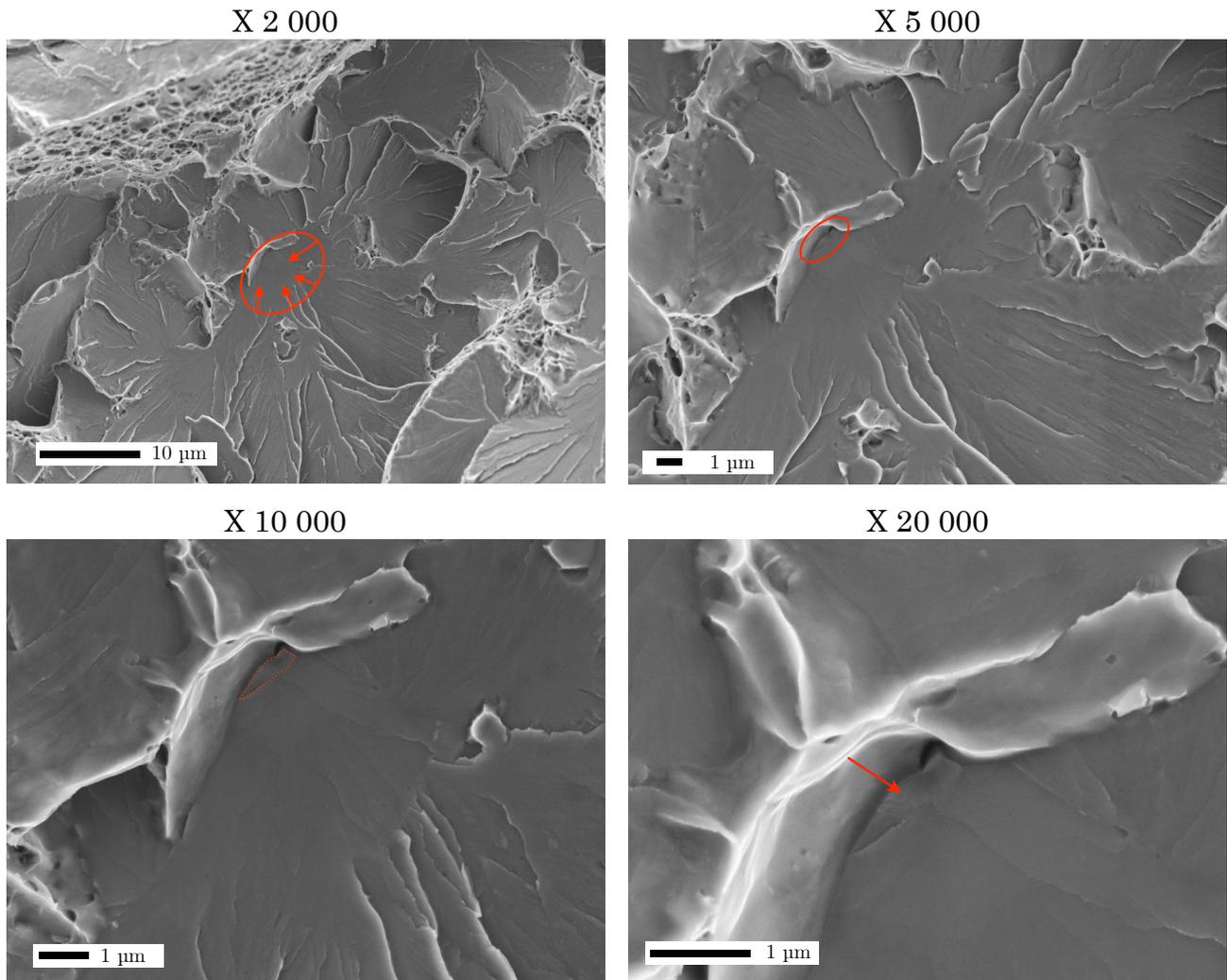


FIGURE 5.4 – Site d'amorçage observé à différents grossissements, le constituant d'amorce n'apparaît clairement qu'à partir d'un grossissement de 10000. Traitement thermique : refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 20 h. Éprouvette de résilience testée à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ d'énergie 18,3 J. Image en mode électrons secondaires.

2.1.1 Description morphologique et analyse chimique des constituants au site d'amorçage

- Le constituant peut se présenter sous différentes morphologies (voir figure 5.5) : allongée ou de forme irrégulière.

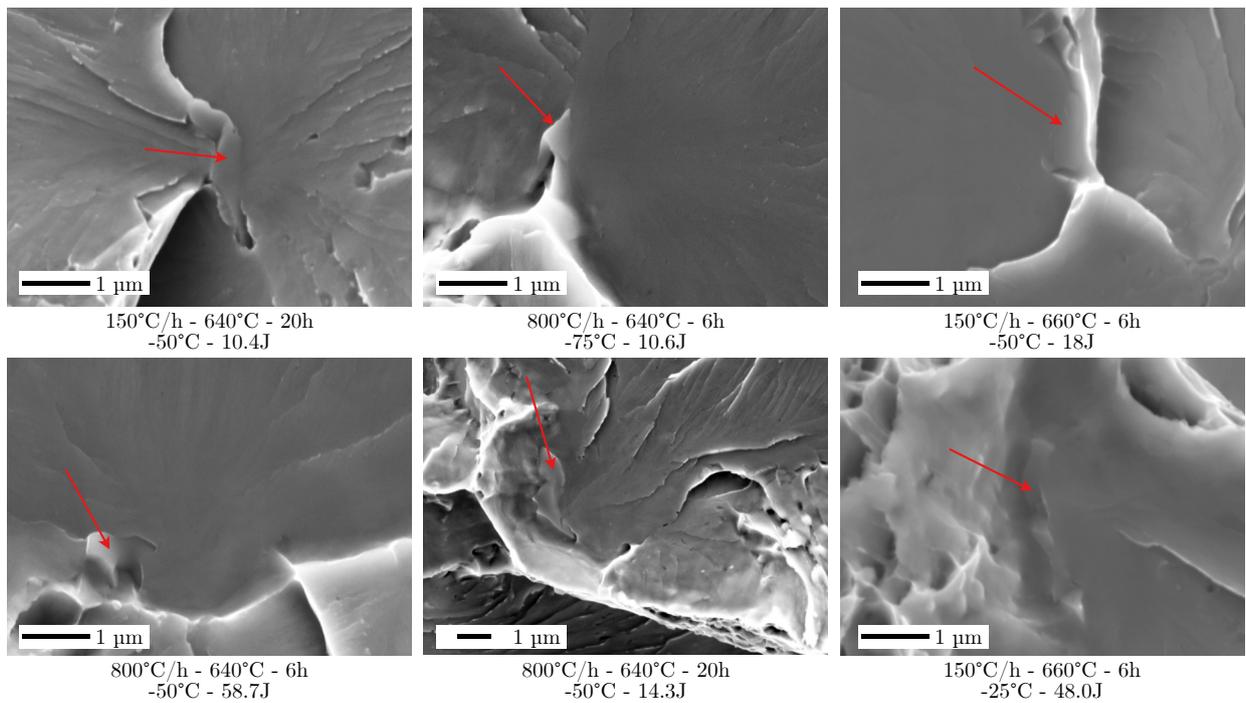


FIGURE 5.5 – Variétés des morphologies de l’amorce de la rupture fragile. Images en électrons secondaires sur faciès de rupture.

Les dimensions caractéristiques des amorces ont pu être estimées sur la surface de rupture quand cela était possible (forme de la particule clairement définie). La distribution de taille obtenue est donnée sur la figure 5.6. Le diamètre équivalent moyen des particules est de 0,85 µm. Ce diamètre est compris entre 400 nm et 1,2 µm environ. Dans de rares cas, la particule peut atteindre une taille de 2 µm de long. Il n’a pas été observé de corrélation de la taille des particules avec le traitement thermique. Il faut toutefois noter que nous ne disposons que d’une section de la particule dont la forme semble être complexe et c’est cette section que nous appelons amorce.

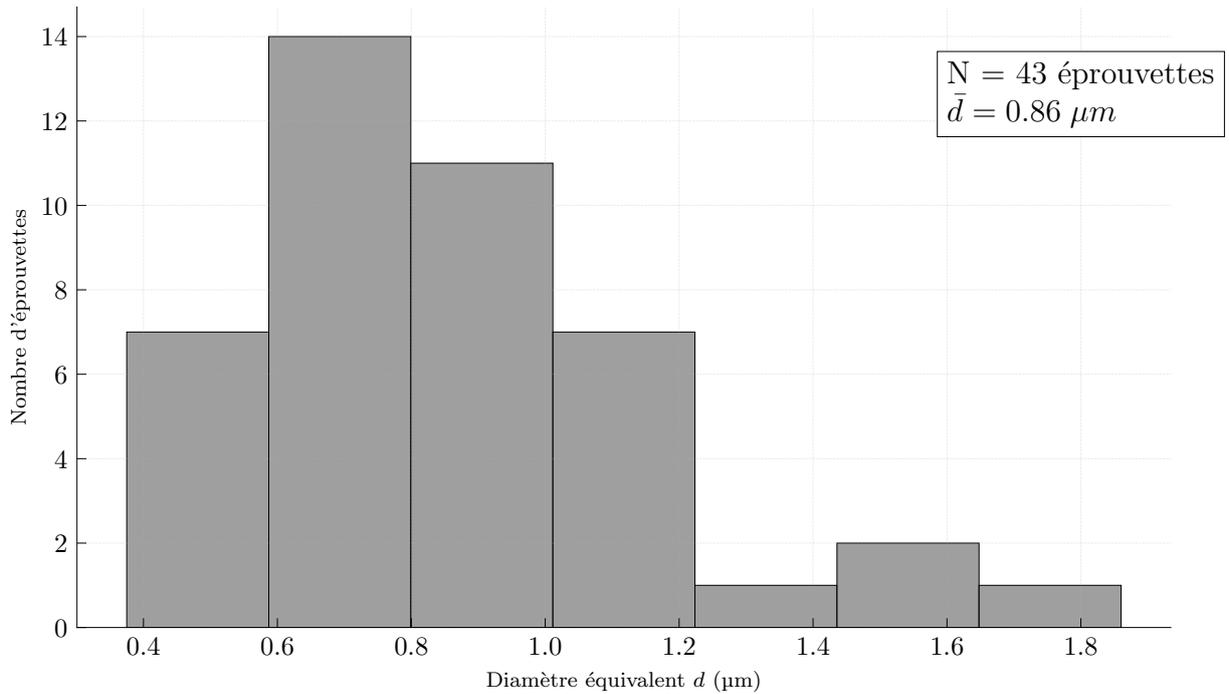


FIGURE 5.6 – Distribution de taille des carbures d'amorçage (diamètre équivalent)

- Il n'y a pas de décohésion entre la matrice et le constituant. Il peut en général être observé sur les deux faciès de rupture d'une même éprouvette. Nous en concluons que l'amorçage se fait par la rupture de cette particule, la fissure ainsi créée se propageant ensuite dans la matrice environnante.

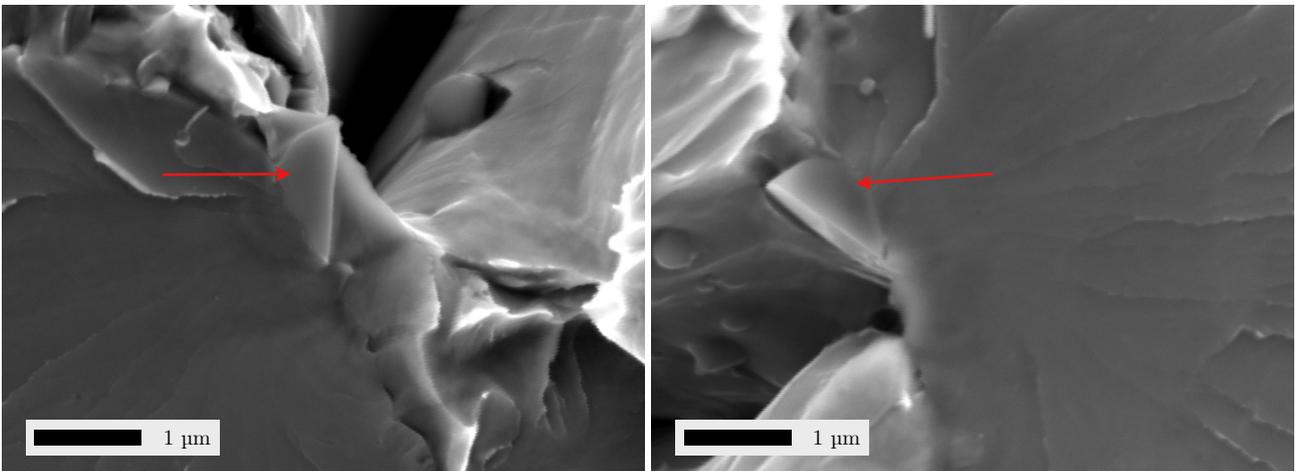


FIGURE 5.7 – Amorce observée des deux côtés d'une éprouvette de traction entaillée. Du fait de l'axisymétrie des éprouvettes, les images ne sont pas miroir l'une de l'autre. Image en électrons secondaires sur faciès de rupture. Traitement thermique : $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 20 h .

- Ce constituant est systématiquement observé au niveau d'un bord de facette, c'est-à-dire d'un joint de désorientation significative de la matrice, comme le montrent par exemple les images de la figure 5.4 et de la figure 5.7. CHEKHONIN et al. (2023) ne mentionne pas cet aspect bien que les images présentées dans leurs études montrent des particules aux joints.

- Les pointés EDX révèlent un enrichissement du constituant en molybdène, manganèse et, dans une moindre mesure, en chrome. Les figures 5.8 et 5.9 montrent des exemples de pointé EDX sur ce type de site d'amorçage. Le constituant présente un enrichissement clair en molybdène, manganèse et chrome. Cet enrichissement a été observé sur tous les carbures où un pointé a été réalisé. CHEKHONIN et al. (2023) observent également un enrichissement en molybdène mais également en aluminium qui n'est pas observé ici.

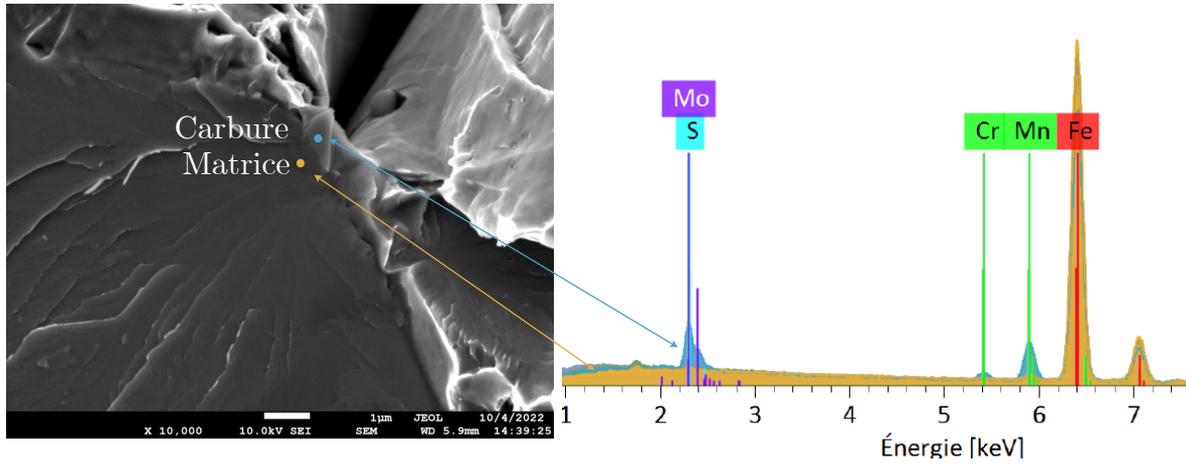


FIGURE 5.8 – Pointés EDX au niveau d'un site d'amorçage de la rupture fragile. Le pointé jaune correspond au pointé de référence tandis que le pointé bleu représente le pointé de l'amorce. Il ne contient pas de soufre.

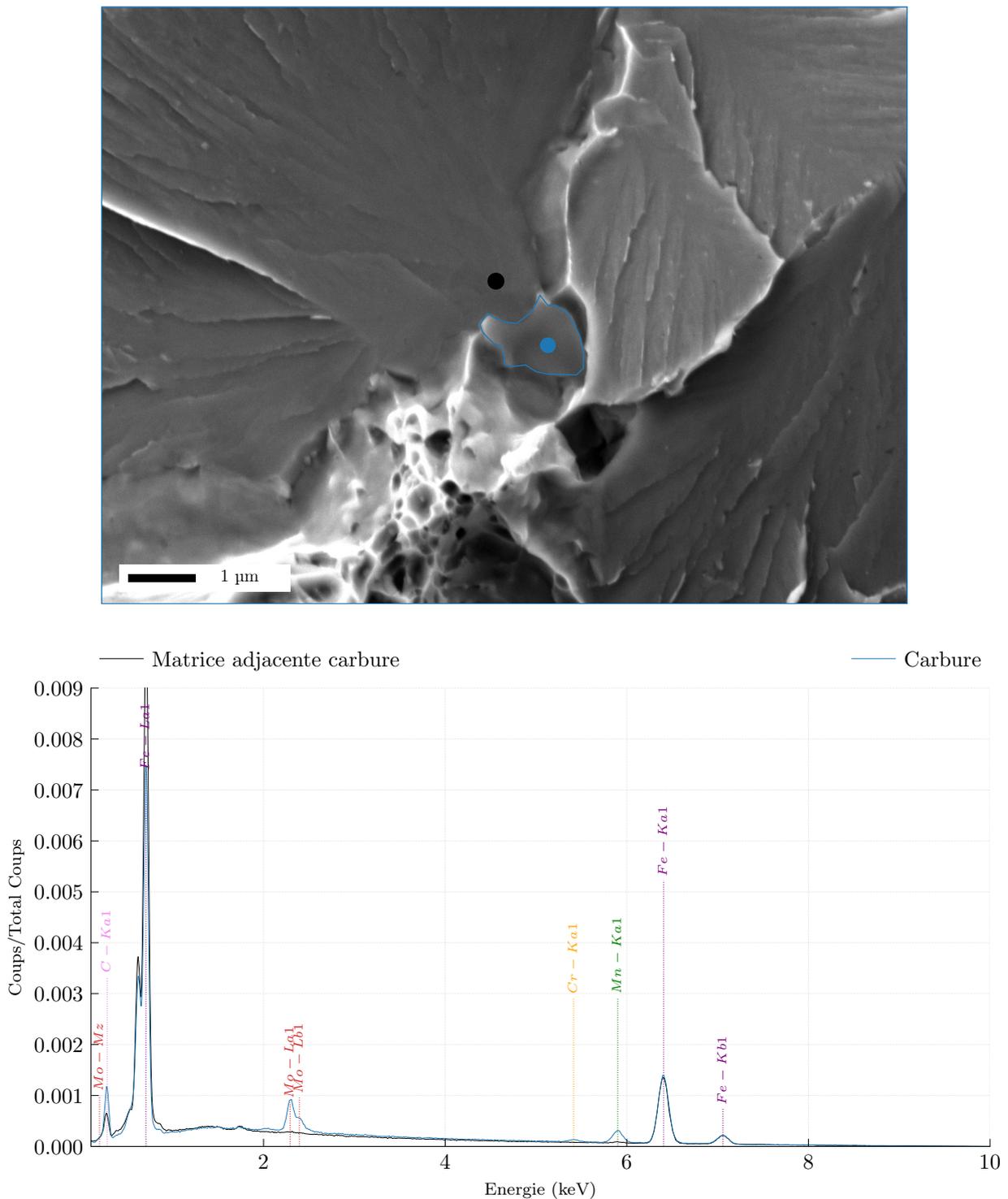


FIGURE 5.9 – Pointés EDX au niveau d'un site d'amorçage de la rupture fragile. Le pointé noir correspond au pointé de référence sur la matrice tandis que le pointé bleu représente le pointé de l'amorce (ici un carbure). Traitement thermique : refroidissement à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 6 h.

- Ce type d'amorçage peut également être trouvé au niveau des sites d'amorçage secondaires.
- Dans certains cas, le site d'amorçage peut présenter un endommagement ductile local significatif (figure 5.9 par exemple) tandis que d'autres sites n'en présentent que très peu. Cet endommagement semble plutôt être dû à la rupture des ligaments de matière

restants après le clivage qu'une marque spécifique d'un mécanisme. En effet, les rivières de clivage ont bien pour origine la particule. De plus, ces déchirures sont aussi observées à des températures basses (température d'essai à T_0 dans le cas de l'exemple), ce qui laisse à croire qu'un clivage initié par la déchirure ductile est peu probable.

Le constituant décrit plus haut est supposé être un carbure pour plusieurs raisons. D'une part sa composition chimique présente du Fer, du molybdène du chrome, du manganèse (voir figure 5.8), qui sont les éléments chimiques typiquement retrouvés dans les carbures présents dans ce type d'acier (Voir chapitre 1) et non dans les inclusions (ni oxyde, ni nitrure de titane, ni sulfure de manganèse). Par ailleurs la localisation systématique de ces constituants en bord de facette tend à montrer qu'il ne peut pas s'agir d'inclusions, que l'on peut retrouver en tout point de la microstructure. Afin de tenter d'identifier plus précisément la nature de ce carbure, deux études en microscopie électronique à transmission sur répliques extractives ont été menées.

2.1.2 Étude de répliques extractives par microscopie électronique en transmission

Des répliques extractives des carbures ont été réalisées sur deux microstructures afin de tenter d'obtenir des informations chimiques et cristallographiques sur les carbures d'amorçage. Le lecteur pourra trouver la méthode expérimentale d'obtention de répliques en annexe 5.

Les deux traitements thermiques étudiés sont les suivants :

- Refroidissement à $150\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à $640\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 6 h.
- Refroidissement à $2000\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à $640\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 20 h.

Les vitesses de refroidissement choisies permettent d'obtenir de la bainite granulaire qui contient des gros carbures irréguliers dont la morphologie rappelle celle rencontrées dans la surface de rupture. Le premier traitement nous permet de maximiser l'effet du refroidissement tandis que nous étudions plus en détail le revenu pour la deuxième condition.

L'objectif a été de trouver des particules semblables à celle observées au niveau des sites d'amorçage. Les joints étant encore visibles après la réplique extractive (alignement de particules qui délimite une zone moins dense), nous y avons cherché des particules de taille et de morphologie similaires à celles trouvées sur les surfaces de rupture. Une fois les particules identifiées, la diffraction en sélection d'aire (SAED) et l'indexation des clichés obtenus nous permet d'identifier la nature du carbure. Par ailleurs, la microscopie en transmission nous permet d'obtenir la composition chimique du carbure sans effet de matrice, contrairement aux analyses sur fractographie et de la comparer à celle des carbures avoisinants, réputés être de la cémentite.

2.1.2.1 Étude des répliques après traitement thermique $150\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^\circ\text{C}$ –6 h

La figure 5.10 montre les morphologies et les clichés de diffraction des carbures étudiés. Les images de gauche montrent des carbures dont la localisation, les morphologies et les tailles correspondent aux carbures d'amorçage identifiés en fractographie. Nous retrouvons des carbures de morphologies très irrégulières de taille micrométrique. Le tableau 5.3 donne les caractéristiques cristallographiques obtenues pour les carbures étudiés. Elles correspondent à un carbure de type $M_{23}C_6$. Ces carbures ont notamment été identifiés lors de la revue bibliographique

(HAVERKAMP et al., 1984) comme ayant un effet fragilisant (de manière indirecte par corrélation entre les propriétés et la présence de ce carbure), ce qui est cohérent avec les observations fractographiques où ces carbures semblent servir d'amorce. À notre connaissance, il s'agit de la première fois où ce type de carbure est identifié pour ces conditions de traitement thermique pour ce type d'acier. De fins carbures allongés nanométriques ont également été observés, il s'agit très certainement de carbures Mo_2C .

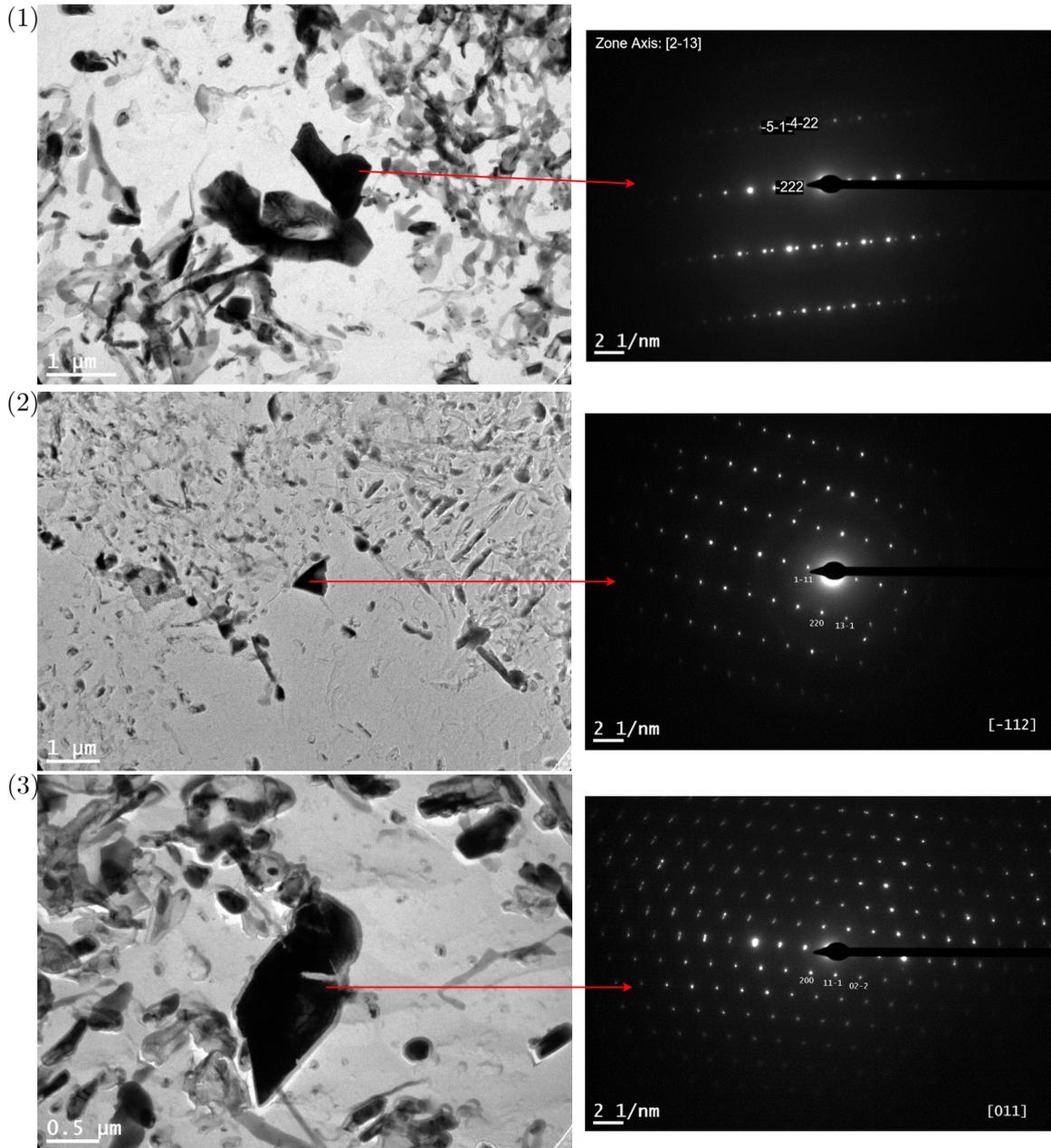


FIGURE 5.10 – Exemples de carbures observés sur répliques extractives au MET (à gauche en champ clair) et figure de diffraction associée (à droite).

| Particule | Structure | Paramètre de maille |
|-------------|--------------------------|----------------------------------|
| $M_{23}C_6$ | cubique à faces centrées | $a = 10,51 \text{ \AA}$ |
| Particule 1 | cubique à faces centrées | $a = 10.43 \pm 0.03 \text{ \AA}$ |
| Particule 2 | cubique à faces centrées | $a = 10.56 \pm 0.05 \text{ \AA}$ |
| Particule 3 | cubique à faces centrées | $a = 10.67 \pm 0.05 \text{ \AA}$ |

TABLE 5.3 – Caractéristiques cristallographiques des carbures étudiés sur répliques extractives de la figure 5.10. Les caractéristiques du carbure $M_{23}C_6$ sont tirées de la revue de littérature de la thèse de BENAROSCH (2021).

La chimie de ces carbures a également été déterminée et comparée avec celles des carbures avoisinants (figure 5.11). Ces carbures contiennent essentiellement du fer et du manganèse ainsi qu'un enrichissement marqué en molybdène par rapport aux carbures voisins de taille plus faible. Le tableau 5.4 donne les compositions chimiques moyennes de ces deux types de carbures. D'après GUPTA et al. (2022), la composition des carbures voisins (en vert) est très similaire à celle qu'ils observent pour la cémentite.

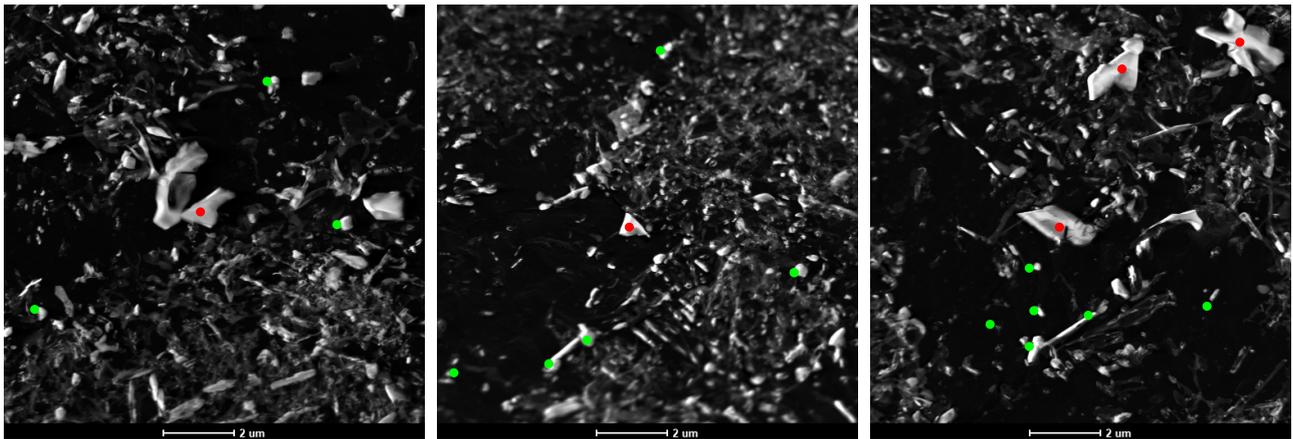


FIGURE 5.11 – Carbures caractérisés par analyse EDX. Imagerie STEM HAADF.

| Carbure | Mo | Mn | Cr | Fe |
|--|---------------|----------------|---------------|----------------|
| Carbures d'intérêt (en rouge sur la figure 5.11) | 4.7 ± 0.1 | 11.5 ± 0.1 | 1.9 ± 0.1 | 81.1 ± 0.3 |
| Carbures voisins (en vert sur la figure 5.11) | 1.8 ± 0.1 | 11.0 ± 0.4 | 2.4 ± 0.3 | 83.1 ± 1.2 |

TABLE 5.4 – Composition chimique moyenne (éléments métalliques), en pourcentages atomiques, des carbures étudiés sur répliques extractives. Traitement thermique : $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –6 h.

2.1.2.2 Étude des répliques après traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ °C} - 20\text{ h}$

La figure 5.12 montre les carbures caractérisés et les figures de diffraction associées. Les carbures observés sont beaucoup plus arrondis, ce qui est attendu suite à un revenu beaucoup plus long. La recherche de carbures similaires aux particules d'amorçage a été plus difficile du fait de cette homogénéisation de la morphologie.

Les carbures indexés se sont tous révélés être de la cémentite. Il semble donc, dans la mesure où nous aurions réussi à retrouver des carbures typiques des zones d'amorçage du clivage, que la nature du carbure ne soit pas un facteur déterminant pour amorcer le clivage. Il a également été observé de fins carbures nanométriques présentant une teneur (atomique) en molybdène supérieure à 70% et qui sont donc des carbures Mo_2C .

La composition chimique est également différente comme le montrent les résultats donnés dans le tableau 5.5. Les carbures étudiés ici présentent toujours une forte teneur en fer et manganèse mais une teneur en molybdène inférieure à celles des carbures étudiés sur l'autre réplique. Ils ne présentent plus de différence significative en ce type d'élément avec les carbures voisins de taille similaire. Ces différences de nature et de composition s'expliquent tout à fait par la différence de revenu entre les deux traitements thermiques, au fur et à mesure du revenu, des carbures Mo_2C se forment, provoquant un appauvrissement du reste de la microstructure en molybdène. Nous observons également un enrichissement en éléments d'alliage, ce qui est attendu au vu des résultats de la revue de la littérature du chapitre 1.

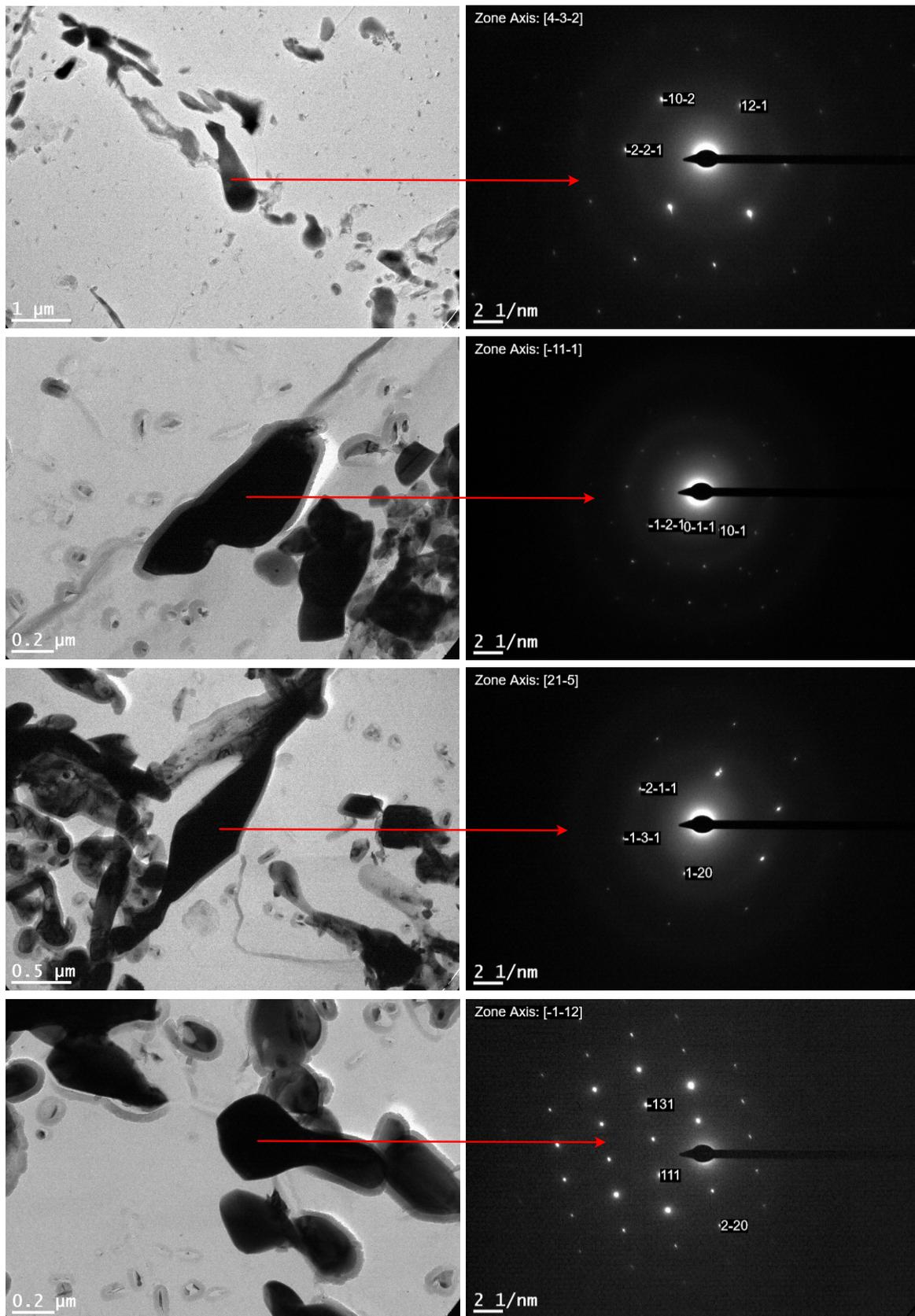


FIGURE 5.12 – Exemples de carbures observés sur répliques extractives au MET (à gauche en champ clair) et figure de diffraction associée (à droite). L'indexation est faite avec les paramètres de la structure de la cémentite.

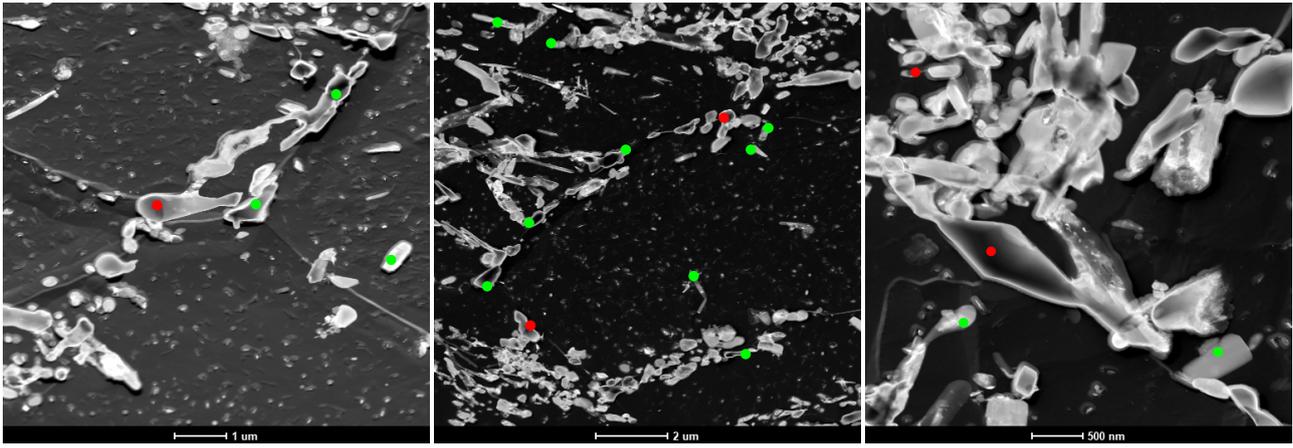


FIGURE 5.13 – Exemple de carbure observé en répliques extractives au MET (à gauche en champ clair) et figure de diffraction associée (à droite).

| Carbure | Mo | Mn | Cr | Fe |
|--|---------------|----------------|---------------|----------------|
| Carbures d'intérêt (en rouge sur la figure 5.13) | 2.3 ± 0.1 | 12.9 ± 0.6 | 2.4 ± 0.2 | 82.3 ± 0.9 |
| Carbures voisins (en vert sur la figure 5.13) | 2.7 ± 0.2 | 14.6 ± 0.5 | 3.2 ± 0.3 | 79.3 ± 0.8 |

TABLE 5.5 – Compositions chimiques moyennes (éléments métalliques), en pourcentages atomiques, des carbures étudiés sur répliques extractives. Traitement thermique : $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C –20 h.

Ces deux séries de répliques extractives nous ont permis d'obtenir des pistes d'étude pour approfondir la caractérisation des carbures d'amorçage : la nature et la composition chimique des carbures ne semblent pas être des facteurs déterminants pour l'amorçage. Néanmoins, la connaissance de la séquence de précipitation de ce type d'acier, en particulier dans les joints, manque à la littérature pour nous permettre de confirmer ces résultats. Il faudrait donc étendre cette étude à l'ensemble des traitements thermiques pour déterminer finement cette séquence de précipitation pour les conditions industrielles usuelles de traitement thermique. Dans la mesure du possible, nous avons tenté de retrouver sur les répliques des carbures de morphologie et de localisation similaires aux particules d'amorçage identifiées. Cette méthode reste toutefois limitée car nous n'avons pas de certitude d'avoir pu caractériser les carbures d'amorçage. Il nous semble que l'une des façons de pouvoir caractériser avec certitude ces carbures serait d'arriver à les prélever directement sur les faciès de rupture et de les caractériser ensuite par microscopie en transmission. Une fois ces premières caractérisations faites, nous pourrions alors revenir à des études moins lourdes en termes de moyens pour obtenir des informations exhaustives comme leur densité, leurs conditions de formation, ...

La figure 5.14 ne présente pas de $M_{23}C_6$ quelles que soient les conditions de simulation (le carbure M_7C_3 n'a pas été suspendu). Le carbure M_7C_3 et la cémentite dominent la microstructure aux températures de revenu, ce qui n'est pas observé expérimentalement. Il faudrait tenter la suspension du carbure M_7C_3 mais il est fort probable que les conditions d'équilibres thermodynamiques au niveau des joints soient très différentes.

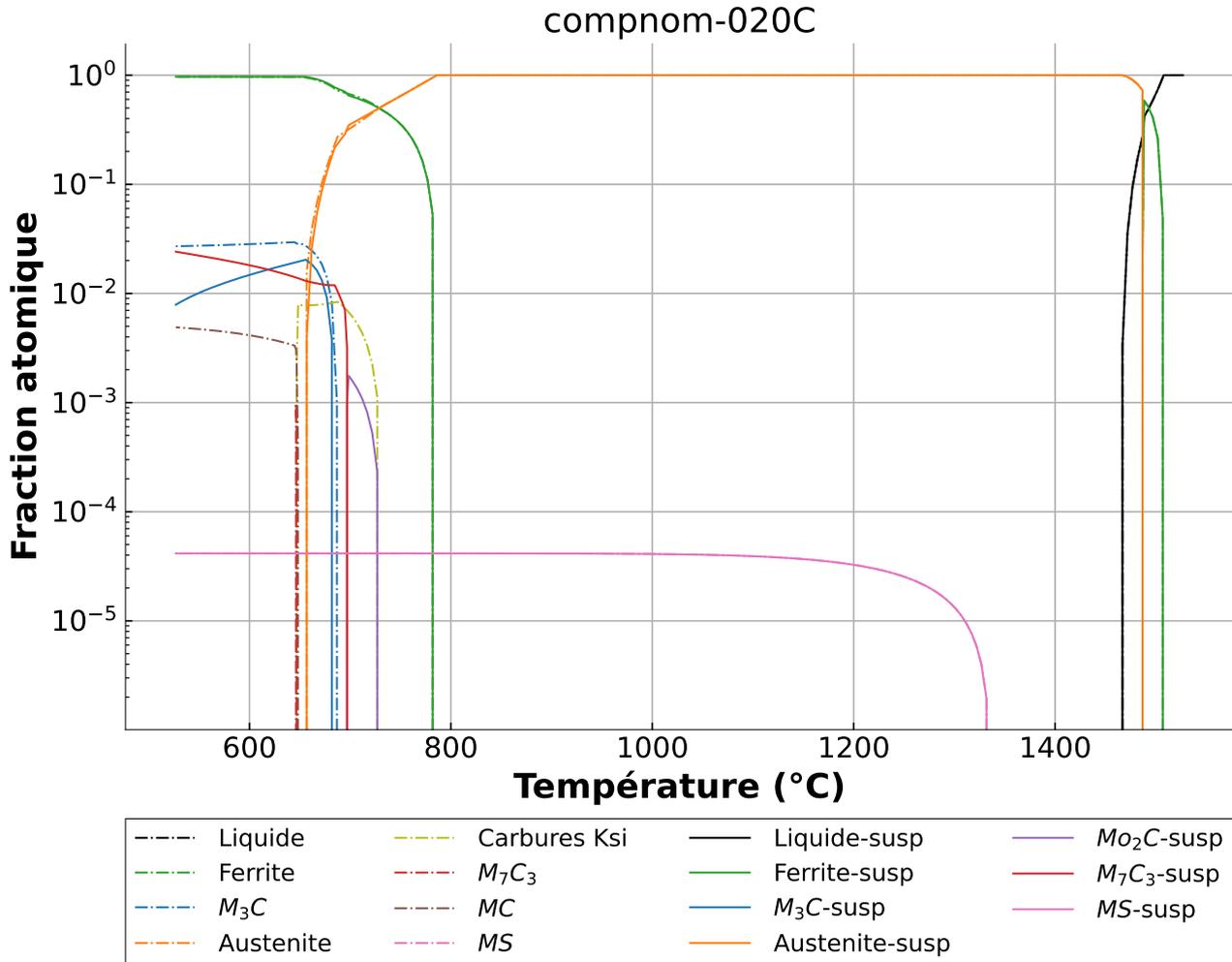


FIGURE 5.14 – Deux diagrammes d'équilibre superposés et obtenus par simulation Thermocalc. Le diamant et le graphite ont été suspendus dans les deux cas. Pour le diagramme “susp” en ligne pleine, les carbures ξ et MC ont été suspendus et $M_{O_2}C$ est apparu. MS correspond aux sulfures.

2.1.3 Caractérisation de l'environnement cristallin de deux sites d'amorçage en EBSD

Afin de compléter la caractérisation des sites, les sites d'amorçage de deux éprouvettes de traction entaillées ont pu être caractérisés par analyse EBSD. Les éprouvettes ont été choisies pour la bonne visibilité du carbure d'amorçage afin de tenter de le faire diffracter. Nous n'y sommes malheureusement pas parvenu. Toutefois, les analyses de ces échantillons ont été poursuivies dans le but de déterminer les orientations cristallines des différentes facettes de clivage adjacentes au site d'amorçage afin de caractériser le joint où celui-ci a lieu. Ces caractérisations ont permis de montrer la faisabilité de la manipulation et pourraient ouvrir à

une étude plus complète de façon à obtenir une information de nature statistique sur le type de joint microstructural qui peut servir de site d'amorçage. Les conditions usuelles d'acquisition et de traitement ont été utilisées.

La méthode de détermination est la suivante :

1. Orientation de l'éprouvette de façon à faire diffracter au moins en partie chacune des facettes qui entourent le site d'amorçage.
2. Détermination des angles d'Euler moyens associés à chaque facette.
3. Détermination de la matrice de rotation qui permet de passer d'une orientation à une autre.
4. Détermination des indices de Miller de l'axe de rotation le plus proche et la rotation associée avec l'écart à la désorientation réelle.
5. Comparaison avec les paires axe-angle données par la relation d'orientation pour déterminer le type de joint.

Les figures 5.15 et 5.16 donnent les paires axe-angle pour chaque bord de facette des sites d'amorçage étudiés. Comme on peut le voir sur les deux images, la désorientation du joint où se trouve le site d'amorçage est comprise entre 21° et 49° , ce qui ne correspond pas à deux paquets de bainite issus du même grain austénitique, il semble donc que l'amorçage se soit produit à proximité d'un ancien joint de grains austénitiques (en bleu sur les figures). Nous n'avons pas pu compléter à l'heure actuelle les observations pour un plus grand nombre d'éprouvettes mais il serait du plus grand intérêt pour la compréhension et la modélisation de vérifier si l'amorçage se fait systématiquement au niveau d'un ancien joint de grains austénitiques.

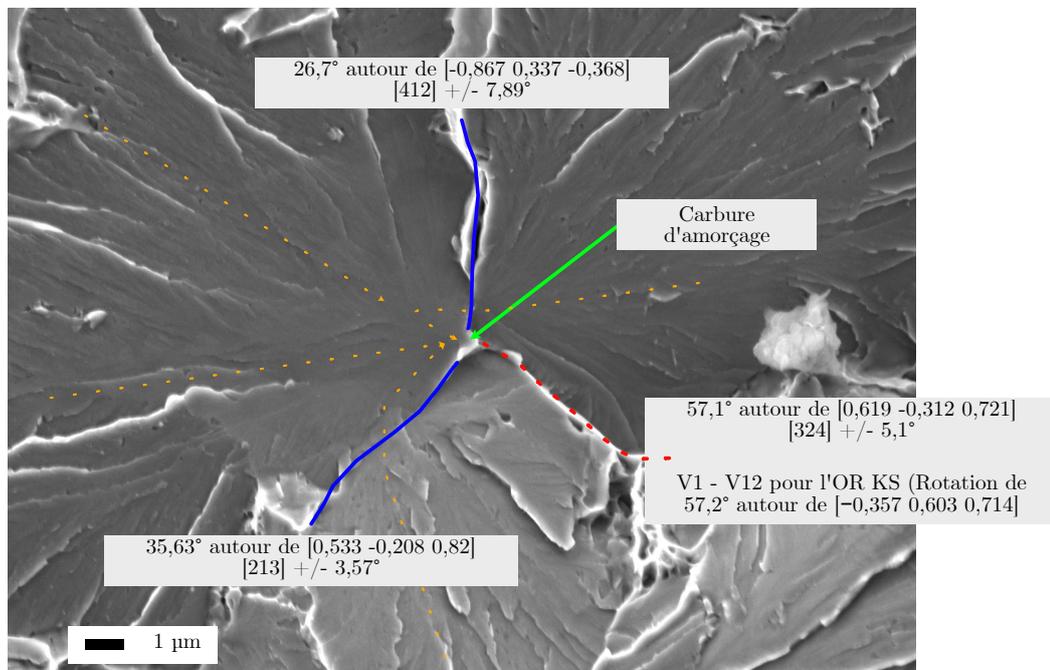


FIGURE 5.15 – Site d'amorçage avec caractérisation des joints. L'amorçage s'est produit sur un ancien joint de grain austénitique. Éprouvette de traction entaillée testée à -140°C . Traitement thermique : refroidissement $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 6 h.

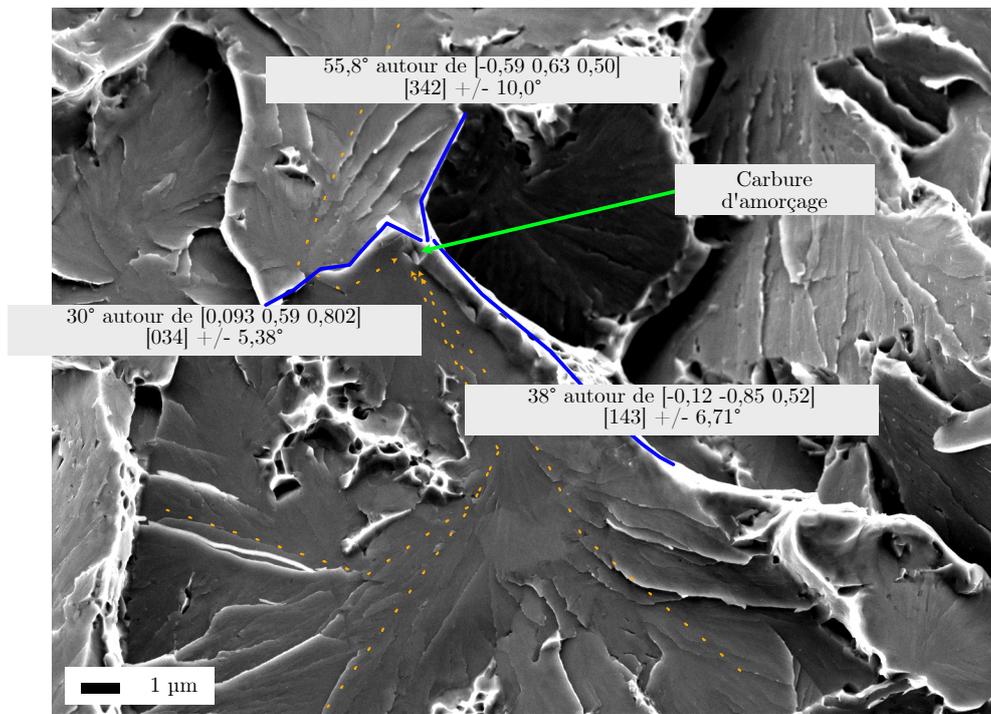


FIGURE 5.16 – Site d’amorçage avec caractérisation des joints. L’amorçage s’est produit sur un ancien joint de grain austénitique. Éprouvette de traction entaillée testée à -140°C . Traitement thermique : refroidissement $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 6 h.

2.2 Type II : Amorçage de la rupture fragile par une inclusion ou un ensemble d’inclusions

Le deuxième type d’amorçage observé est l’amorçage sur une ou plusieurs inclusions. Il s’agit d’un cas classique de la littérature qui a déjà été très observé (voir chapitre 1). Nous en présentons ici les caractéristiques dans notre cas d’étude.

| Type d’éprouvette | Résilience | Traction entaillée | Ténacité |
|--|------------|--------------------|----------|
| Nb de Type II / Nb d’éprouvettes observées | 14/87 | 2/25 | 0/12 |

TABLE 5.6 – Nombre d’éprouvettes étudiées en fractographie où la rupture fragile est amorcée par une inclusion (Type II).

2.2.1 Descriptions des différentes inclusions sur les sites d’amorçage

Dans notre étude, les sulfures de manganèse et les nitrures de titane sont les principales inclusions qui ont initié la rupture fragile. Le tableau 5.7 donne les types et nombre d’occurrences des différents amorçages observés.

| Type d'inclusion | TiN seul | $TiN + MnS$ | Inclusion + Carbure | $TiN + MnS +$ AlO_3 |
|--------------------------------------|------------|-------------|------------------------|--------------------------|
| Nombre d'éprouvettes observées | 7/16 | 6/16 | 2/16 | 1/16 |

TABLE 5.7 – Nombre d'éprouvettes étudiées en fractographie où la rupture fragile est amorcée sur une inclusion, parmi les amorçages de type de *II* toutes éprouvettes confondues

La figure 5.17 donne un exemple d'amorçage par une particule de TiN seule. L'interface entre l'inclusion et la matrice est intacte et l'on observe l'inclusion des deux côtés de l'éprouvette rompue.

Les TiN semblent donc pouvoir amorcer seuls la rupture fragile du matériau (figure 5.17). Par contre, lorsque la rupture est amorcée sur une particule MnS , celle-ci est toujours combinée avec une inclusion de TiN comme dans le cas de la figure 5.18. Dans ces cas, l'étude détaillée des faciès semble révéler que le MnS est l'inclusion à se rompre la première. La fissure se propage ensuite dans le TiN et enfin dans la matrice environnante. La figure 5.18 illustre ce phénomène. Il a également été observé un amorçage sur un amas $MnS + TiN + AlO_3$ qui présente un comportement similaire aux amas $TiN + MnS$.

La figure 5.19 montre l'unique cas d'amorçage potentiel par une particule d'alumine. Nous pouvons observer que le site d'amorçage se trouve au niveau d'une cupule formée autour d'une alumine. Cependant, un examen à plus fort grossissement révèle un constituant qui pourrait être un carbure. Il est difficile dans ce cas de pouvoir déterminer avec certitude quel constituant est à l'origine de la rupture. La figure 5.20 présente un autre cas d'amorçage où l'on peut observer carbure et inclusion. Dans ce cas l'inclusion n'est visible que d'un côté de l'éprouvette contrairement au carbure. De plus, les observations d'amorçage sur TiN seuls mettent bien en valeur la continuité du plan de rupture entre le TiN et la matrice, ce qui n'est pas le cas ici. Cela nous conduit à penser que le carbure serait plutôt à l'origine de la rupture. Néanmoins, l'influence d'une particule de TiN aussi proche ne peut pas être négligée. C'est pour cette raison que nous présentons cet amorçage dans cette section.

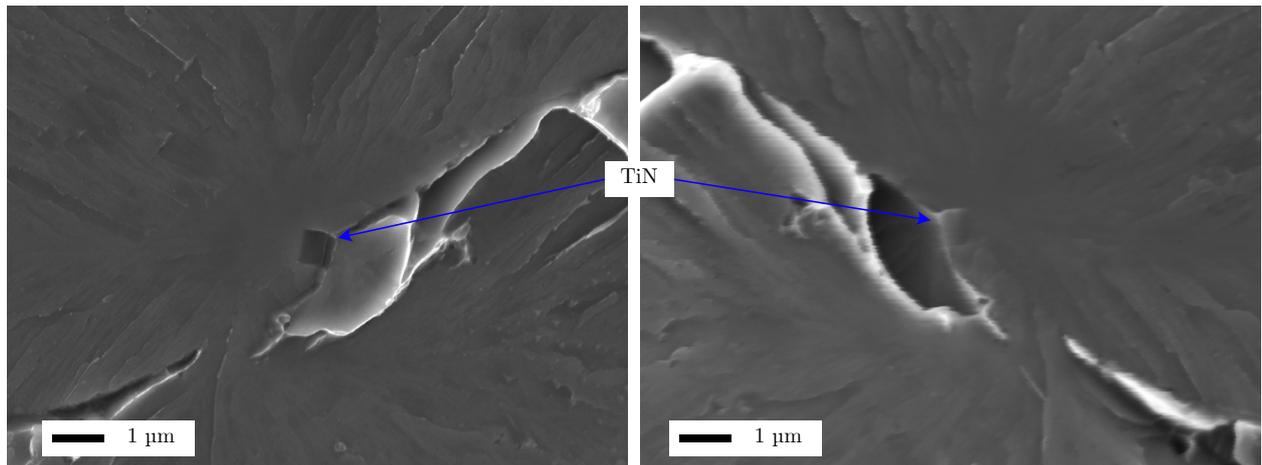


FIGURE 5.17 – Amorçage sur une particule de TiN (carré sombre au centre de l'image).

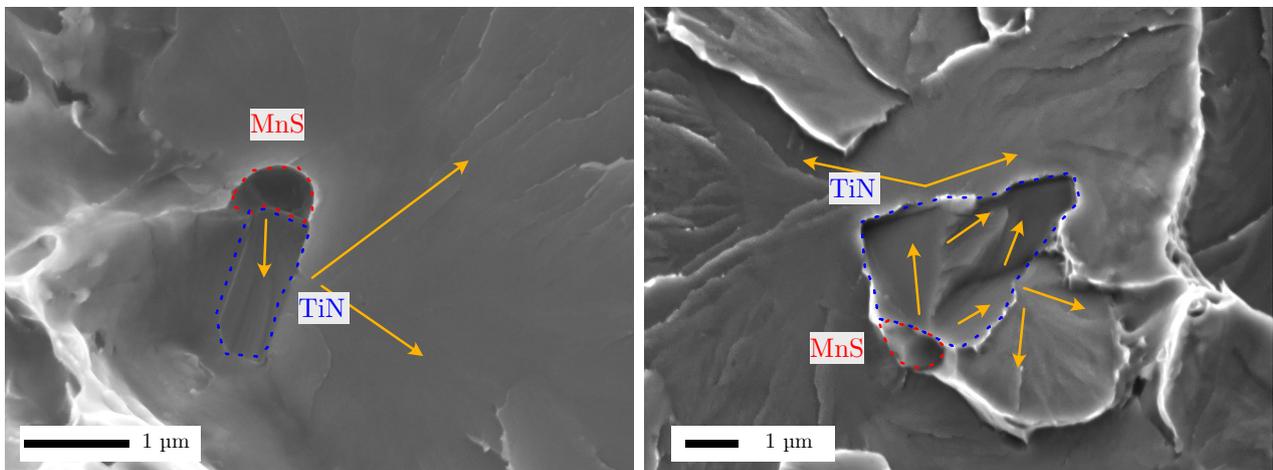


FIGURE 5.18 – Amorçage et propagation de la fissure dans un amas $TiN-MnS$. En se basant sur les fines rivières de clivage observées dans le TiN (en bleu), il semble que la fissure ait pour origine le MnS (en rouge). Les flèches en orange indiquent le sens de propagation de la fissure.

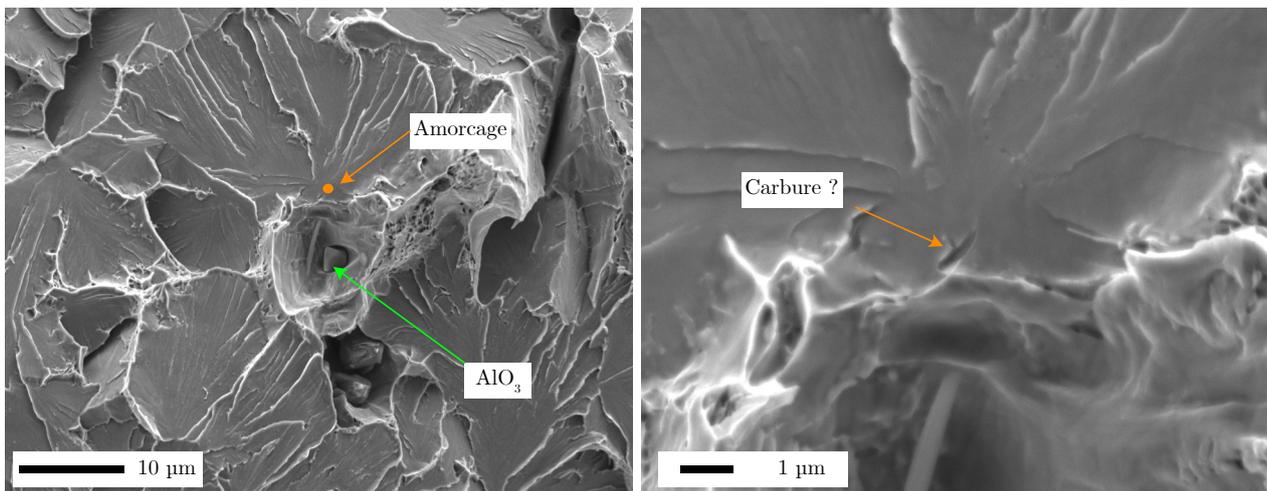


FIGURE 5.19 – Amorçage au niveau d’une cupule formée autour d’une particule d’alumine à gauche. Détail du site d’amorçage à droite. Traitement thermique : refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ puis revenu à $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h. Éprouvette de résilience testée à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ d’énergie 65,5 J. Image en électrons secondaires.

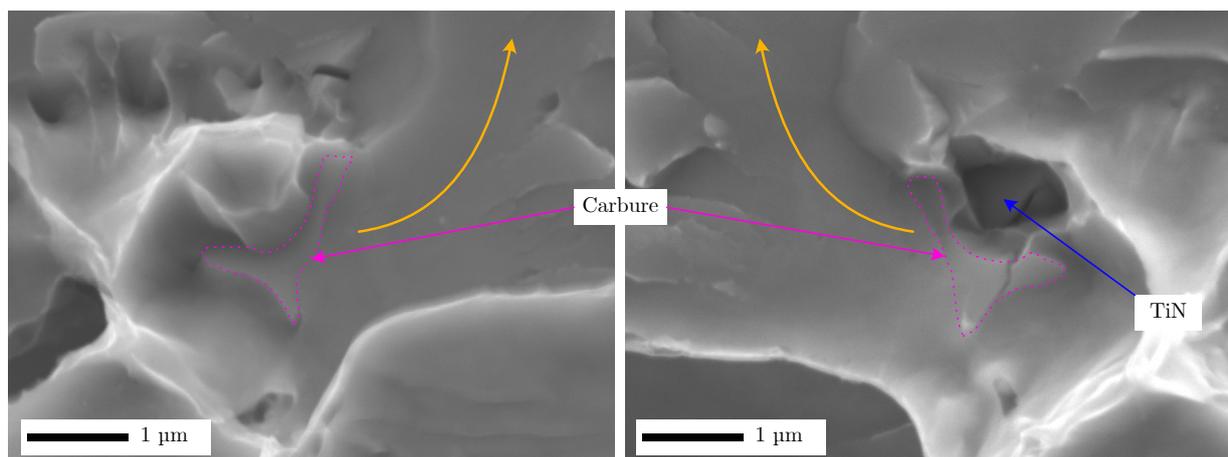


FIGURE 5.20 – Amorçage et propagation de la fissure au niveau d’un carbure adjacent à une particule de TiN . Les flèches en orange indiquent le sens de propagation de la fissure.

2.2.2 Caractéristiques générales de la rupture sur inclusion

Les amorçages par une inclusion ne sont pas positionnés de manière spécifique dans la microstructure : certains amorçages se sont produit au niveau d’un bord de facette et d’autres au sein des facettes. Ce comportement est cohérent avec la répartition attendue des inclusions.

Comme le montre la figure 5.21, les inclusions ayant donné lieu à l’amorçage sont de tailles assez faibles, pour une taille moyenne de $1,4\text{ }\mu\text{m}$. Dans le cas d’amas, c’est la taille de l’amas complet qui a été mesurée. Nous pouvons nous référer à l’analyse inclusionnaire du chapitre 2 (figure 2.12) pour comparer cette distribution à la distribution totale de taille des inclusions dans la microstructure. Ces inclusions sur lesquelles s’amorce le clivage sont parmi les plus grosses, avec une taille qui dépasse 70ème percentile de la distribution.

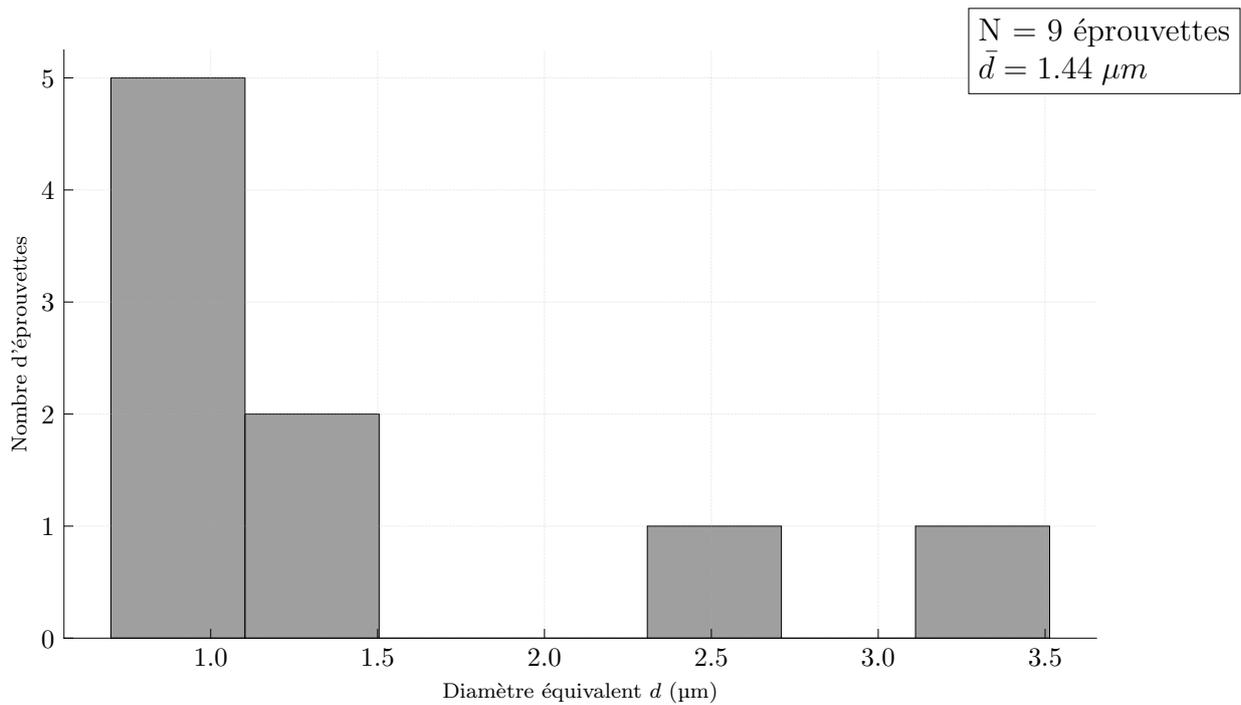


FIGURE 5.21 – Distribution de la taille des inclusions (diamètre équivalent) qui ont amorcé le clivage, toutes éprouvettes et toutes microstructures confondues.

2.3 Type III : amorçage sur un bord de facette déchiré de manière ductile

Le troisième type d’amorçage que nous définissons regroupe les sites d’amorçage où aucun constituant microstructural spécifique n’a pu être identifié. Ce type de site d’amorçage est systématiquement localisé en bord de facette et nous n’observons pas non plus d’empreinte d’une particule. Nous donnons le nombre d’éprouvettes appartenant à cette catégorie dans le tableau 5.8.

| Type d'éprouvette | Résilience | Traction entaillée | Ténacité |
|---|------------|--------------------|----------|
| Nb de Type III / Nb d'éprouvettes observées | 15/87 | 1/25 | 0/12 |

TABLE 5.8 – Nombre d’éprouvettes étudiées en fractographie où la rupture fragile ne présente pas de constituant spécifique.

La figure 5.22 donne des exemples de sites d’amorçage où aucun constituant particulier n’a pu être observé. Bien qu’aucun constituant ne soit visible, les bords de facette, qui correspondent à des joints comportent des carbures qui pourraient avoir un rôle dans l’amorçage. Nous ne pouvons pas identifier ce rôle à partir de l’analyse fractographique seule. Comme le montrent

les deux images de la figure 5.22, ces sites sont situés en bord de facette qui, probablement, s'est ensuite déchiré de manière ductile à la suite de la propagation de la fissure fragile. L'énergie associée à ces essais n'est pas spécifiquement élevée par rapport aux autres types d'amorçage. Il se pourrait par ailleurs que le constituant d'amorçage ait été détaché de la microstructure à la suite de ce phénomène.

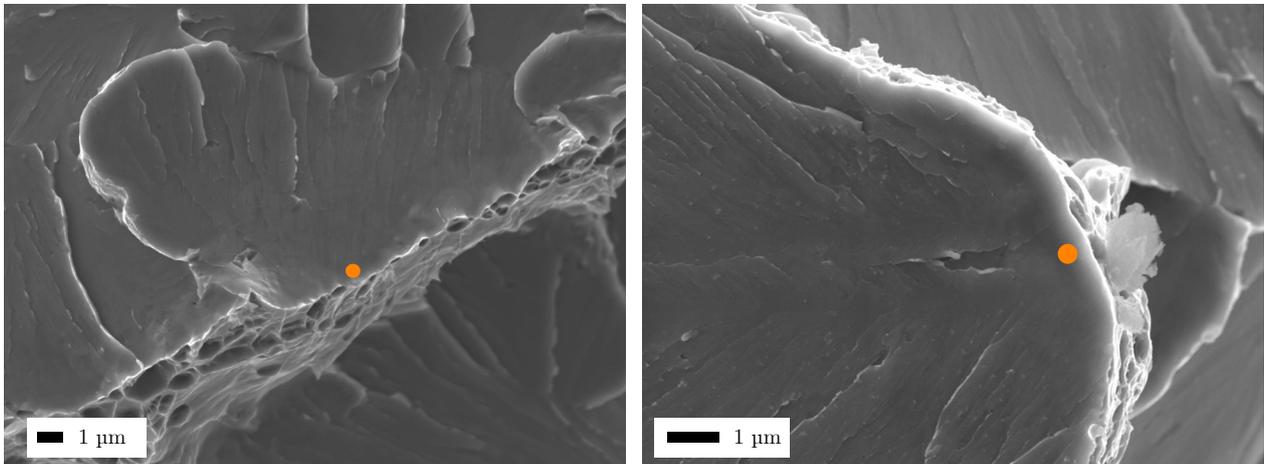


FIGURE 5.22 – Exemples de site d'amorçage sans constituant particulier visible. Traitements thermiques : (Image de gauche) refroidissement à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 660°C pendant 6 h. Éprouvette de résilience testée à -25°C d'énergie 69,5 J. (Image de droite) refroidissement à $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640°C pendant 20 h. Éprouvette de résilience testée à -75°C d'énergie 20,5 J. Images en électrons secondaires sur faciès de rupture.

2.4 Type IV : Sites inclassifiables

Les éprouvettes concernées (voir tableau 5.9) présentent des caractéristiques qui font qu'il n'est pas possible d'observer précisément le site d'amorçage. Le type IV regroupe des sites d'amorçage présentant de la déformation ou mal orientés par rapport au faisceau d'électrons du MEB, qui ne permettent donc pas l'identification d'une amorce microstructurale spécifique.

| Type d'éprouvette | Résilience | Traction entaillée | Ténacité |
|--|------------|--------------------|----------|
| Nb de Type IV / Nb d'éprouvettes observées | 6/87 | 0/25 | 0/12 |

TABLE 5.9 – Nombre d'éprouvettes étudiées en fractographie où l'amorçage de la rupture fragile n'a pas pu être caractérisé.

Certains sites sont déformés suite à la rupture finale de l'éprouvette comme sur la figure 5.23. La déformation rend le site moins lisible. Par conséquent, il est difficile d'identifier si des carbures sont présents au niveau du point d'amorçage, ceux-ci étant peu visibles et de petite taille.

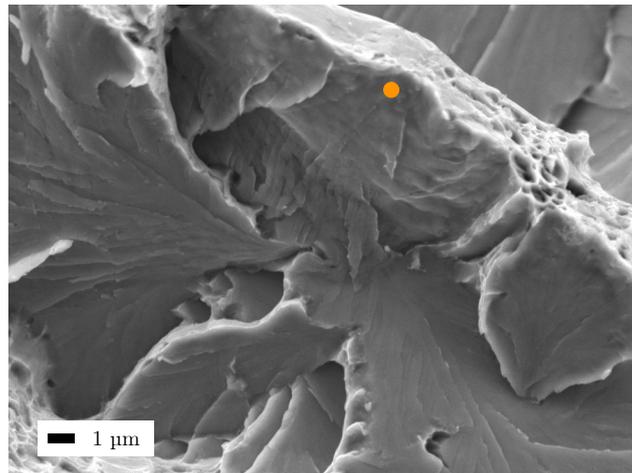


FIGURE 5.23 – Exemple de site d’amorçage déformé suite à la rupture de l’éprouvette. Traitement thermique : refroidissement à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 610 °C pendant 6 h. Éprouvette de résilience testée à -75 °C d’énergie $35,7\text{ J}$. Image en électrons secondaires sur faciès de rupture.

Dans certains autres cas, la propagation s’est faite suivant un plan cristallin qui était quasiment perpendiculaire au plan de rupture de l’éprouvette. Il n’est dans ce cas pas possible d’examiner le site (figure 5.24).

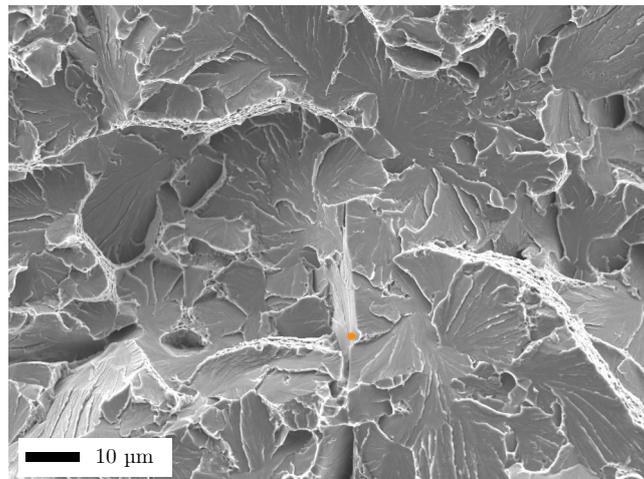


FIGURE 5.24 – Exemple de site d’amorçage parallèle au faisceau d’électrons suivant la surface de rupture. Traitement thermique : refroidissement à $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ puis revenu à 640 °C pendant 6 h. Éprouvette de résilience testée à -100 °C d’énergie $8,5\text{ J}$. Image en électrons secondaires sur faciès de rupture.

Bien qu’aucun constituant microstructural spécifique n’ait pu être observé, il demeure un doute quant à la catégorie d’amorçage à laquelle appartiennent ces sites. En effet, leur localisation en bord de facette de manière similaire à un amorçage de type *I* peut laisser penser qu’il s’agit d’un site où l’amorce a disparu au cours de la rupture. Nous continuerons néanmoins de classer ces sites de manière séparée faute de résultats supplémentaires pour valider ou invalider cette hypothèse de travail.

Conclusions de la section

L'étude fractographique des éprouvettes de traction entaillée, de résilience et de quelques éprouvettes de ténacité a permis de dégager trois grandes familles d'amorçage de la rupture fragile où d'observer un amorçage avec des caractéristiques. Ces trois familles sont communes à toutes les éprouvettes utilisées. Une quatrième famille regroupe les éprouvette non expertisables. Les deux premières familles d'amorçage sont bien identifiées tandis que la troisième et la quatrième regroupent surtout les amorçages restants faute d'informations. Nous résumons dans le tableau suivant (tableau 5.10) leurs caractéristiques.

| Type d'amorçage | Constituant microstructural d'amorce | Morphologie | Localisation | Taille moyenne | Éprouvettes |
|-----------------|---|---|--|--------------------|----------------------|
| Type I | carbures enrichis en Mo, Mn et Cr | sphérique, allongée ou sous forme de "boomerang" | bord de facette (Ancien joint de grain γ ?) | $\approx 0.8\mu m$ | 52KV 22AE 12CT |
| Type II | inclusions : TiN seul ou amas $TiN + MnS$ | rectangulaire pour les TiN et ovoïde pour les MnS | aléatoire | $\approx 1.4\mu m$ | 14KV 2AE |
| Type III | Pas de constituant visible | — | bord de facette avec déchirure ductile | — | 15KV 1AE |
| Type IV | — | — | — | — | 6KV |

TABLE 5.10 – Tableau récapitulatif des caractéristiques des différents types de sites d'amorçage.

3 Recherche de relation entre les mécanismes physiques d'amorçage et les propriétés mécaniques

Objectifs de la section

L'étude fractographique décrite précédemment nous a permis de mettre en exergue une typologie commune de sites d'amorçage. La question qui se pose à présent est de savoir si le type d'amorçage a un lien avec les propriétés mécaniques.

3.1 Le type d'amorçage a-t-il un lien avec les paramètres de traitement thermique et les propriétés mécaniques ?

La figure 5.25 donne les fréquences d'apparition des différents types de sites d'amorçage pour les essais de résilience. On y retrouve la prépondérance de l'amorçage de type *I* pour tous les traitements thermiques. L'amorçage de type *II* semble être par ailleurs plus favorisé à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$. Nous pouvons également étudier l'effet du revenu par vitesse de refroidissement, bien que le plus faible nombre d'observations par condition d'analyse ne nous permette pas de conclure avec certitude (figure 5.26). L'évolution avec le revenu ne laisse pas apparaître de tendance marquée. Les amorçages à $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ présentent un nombre plus élevé d'amorçages de type *III* sans qu'il soit possible d'en trouver une origine.

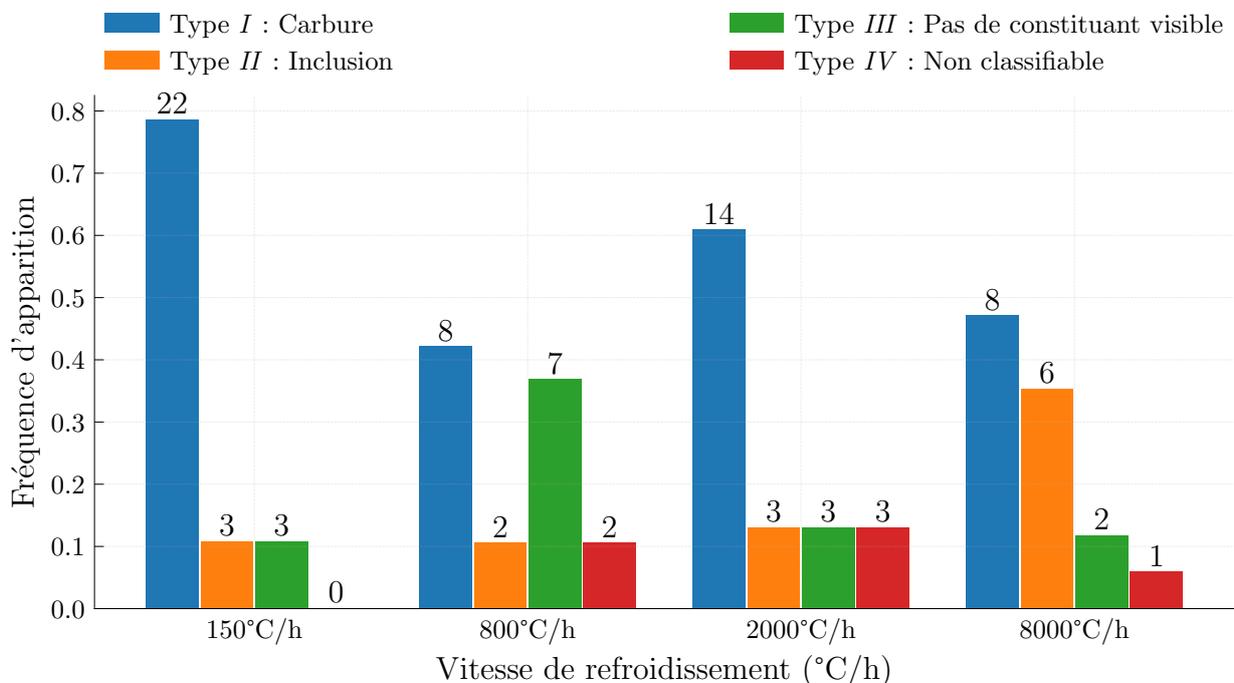


FIGURE 5.25 – Fréquence d'apparition de chaque type de site d'amorçage en fonction de la vitesse de refroidissement pour les essais de résilience, tous revenus confondus.

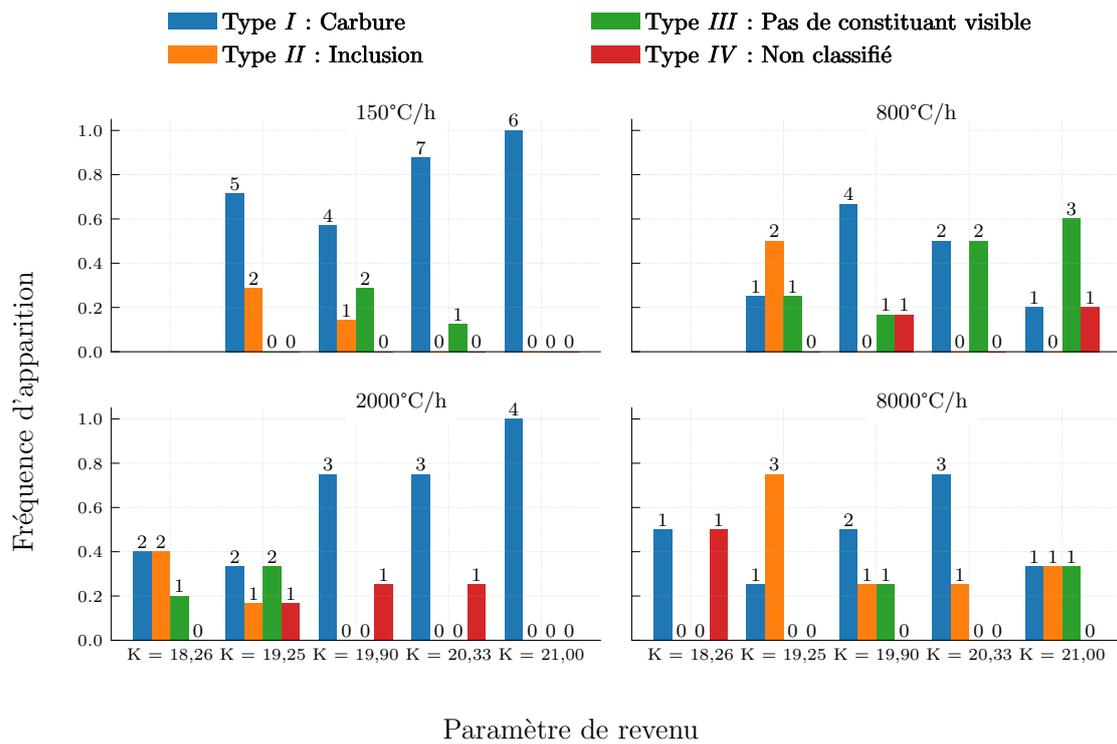


FIGURE 5.26 – Fréquence d'apparition de chaque type de site d'amorçage en fonction de la vitesse de refroidissement et du paramètre de revenu pour les essais de résilience.

Les éprouvettes de ténacité qui ont été observées en fractographie sont issues des microstructures refroidies à $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ revenues à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h ou refroidies à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ revenues à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 20 h. Ces deux microstructures sont les mêmes que celles étudiés par réplique extractive. La totalité des éprouvettes présente un site de type *I* indépendamment du traitement thermique, ce qui n'est pas nécessairement le cas en résilience.

Enfin, la figure 5.27 donne les occurrences de chaque type d'amorçage pour les éprouvettes de traction entaillée qui présentent à leur tour un comportement analogue, c'est-à-dire une prépondérance très marquée des amorçages de type *I*, ce qui n'est pas non plus le cas en résilience.

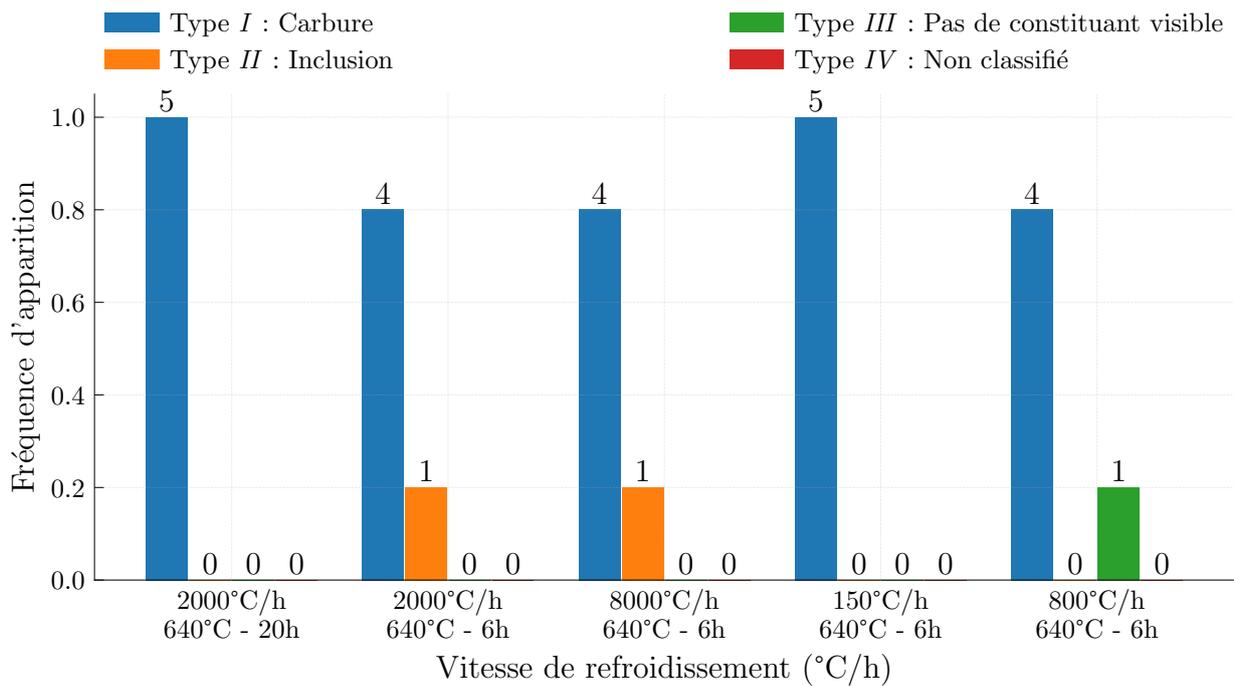


FIGURE 5.27 – Fréquence d'apparition de chaque type de site d'amorçage en fonction du traitement thermique pour les essais de traction sur éprouvettes entaillées.

L'étude des fréquences d'apparition des différents types de sites nous a permis de mettre en évidence que la majeure partie des sites d'amorçage sont de type *I*. Cela est vérifié sur l'ensemble des conditions de traitement thermique et sur les trois types d'éprouvettes (résilience, ténacité et traction entaillée) étudiées. Les amorçages de type *II* sont également observés dans une proportion plus faible, à l'exception des microstructures issues d'un refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$. La présence de sites d'amorçage de type *III* en plus grande proportion pour les éprouvettes de résilience doit être considérée avec prudence, car nous n'avons pas pu identifier avec certitude un mécanisme d'amorçage, ces éprouvettes ayant été observées avant le repérage des carbures. Nous avons pu voir dans le chapitre 3 des variations significatives des propriétés mécaniques en fonction des paramètres de traitement thermique, mais nous observons approximativement le même type d'amorçage pour toutes les microstructures. Nous pouvons donc en tirer la conclusion que le type d'amorçage ne semble pas être corrélée aux propriétés à rupture, notamment les propriétés en résilience. Il faut noter que nos observations fractographiques sont toutes faites sur le bas de la transition, donc à iso-énergie. Le clivage se déclenche toujours de la même façon, mais à des températures différentes. Par ailleurs, les microstructures les plus résistantes amorcent à plus basse température, il ne s'agit donc pas uniquement d'une question de comportement élastoplastique.

Les propriétés de ténacité semblent suivre la même logique mais des essais et caractérisations supplémentaires semblent nécessaires pour confirmer cette tendance avec la ténacité.

3.2 Comparaison entre type d'amorçage et résultats d'essais individuels

La figure 5.28 présente les résultats d'essais de résilience en y ajoutant le type d'amorçage pour chaque éprouvette étudiée. Il ne semble pas se dégager de tendance marquée. Les sites d'amorçage de type *I* et de type *II* sont présents à haute et basse énergie. On peut cependant noter l'absence d'amorçage sur inclusion (type *II*) au-delà de -25°C . Les sites indéterminés de type *III* sont également répartis sur toutes les conditions. Dans le cas des essais de résilience, il ne semble donc pas y avoir de relation forte entre les résultats d'essais et le type d'amorçage. Ces résultats sont cohérents avec les conclusions de TANGUY et al. (2005) et HAUSILD (2002).

Pour les essais de ténacité ainsi que ceux sur éprouvette de traction entaillée, toutes les éprouvettes présentent un amorçage de type *I*. Les valeurs de résultats d'essais ne semblent donc pas être corrélées au type d'amorçage.

Il nous faut donc à présent nous pencher sur les autres caractéristiques des sites d'amorçage pour rechercher un lien entre résistance à la rupture fragile, amorçage et microstructure.

3.3 Comparaison entre la taille de la particule d'amorçage et les résultats d'essais

La figure 5.29 montre l'absence d'effet marqué de la taille de l'amorce sur l'énergie absorbée lors de l'essai : en effet, le nuage de point central ne permet pas de relier de manière significative ces deux grandeurs. Nous noterons toutefois une tendance à la diminution de l'énergie absorbée avec l'augmentation de la taille de l'amorce qui serait à confirmer. La figure 5.30 met en regard taille de l'amorce et température d'essai. Il en ressort que la taille de l'amorce de clivage est indépendante de la température d'essai et de l'énergie absorbée, ce dernier résultat était attendu, l'énergie absorbée dépendant surtout de la déchirure ductile de l'éprouvette. Ces observations sont également vérifiées pour les résultats des essais de ténacité (figure 5.31 et figure 5.32). Ainsi, la déchirure ductile conditionne l'énergie absorbée et échantillonne le matériau jusqu'à ce que les conditions d'amorçage soient réunies. Le mécanisme de celui-ci reste toutefois inchangé. La transition ductile-fragile ne semble pas liée à un changement de mécanisme mais à un changement des conditions de déclenchement. Plus la température augmente, plus les conditions d'activation sont difficiles. Ces conditions ne sont pas uniquement liées à la baisse de la limite d'élasticité car les microstructures les plus molles n'ont pas la température de transition la plus basse. En revanche, ces microstructures présentent le contraste mécanique le plus fort entre la matrice et la particule, qui se trouve donc davantage chargée. Il nous manque donc de l'information pour expliquer les variations de propriétés à rupture observées.

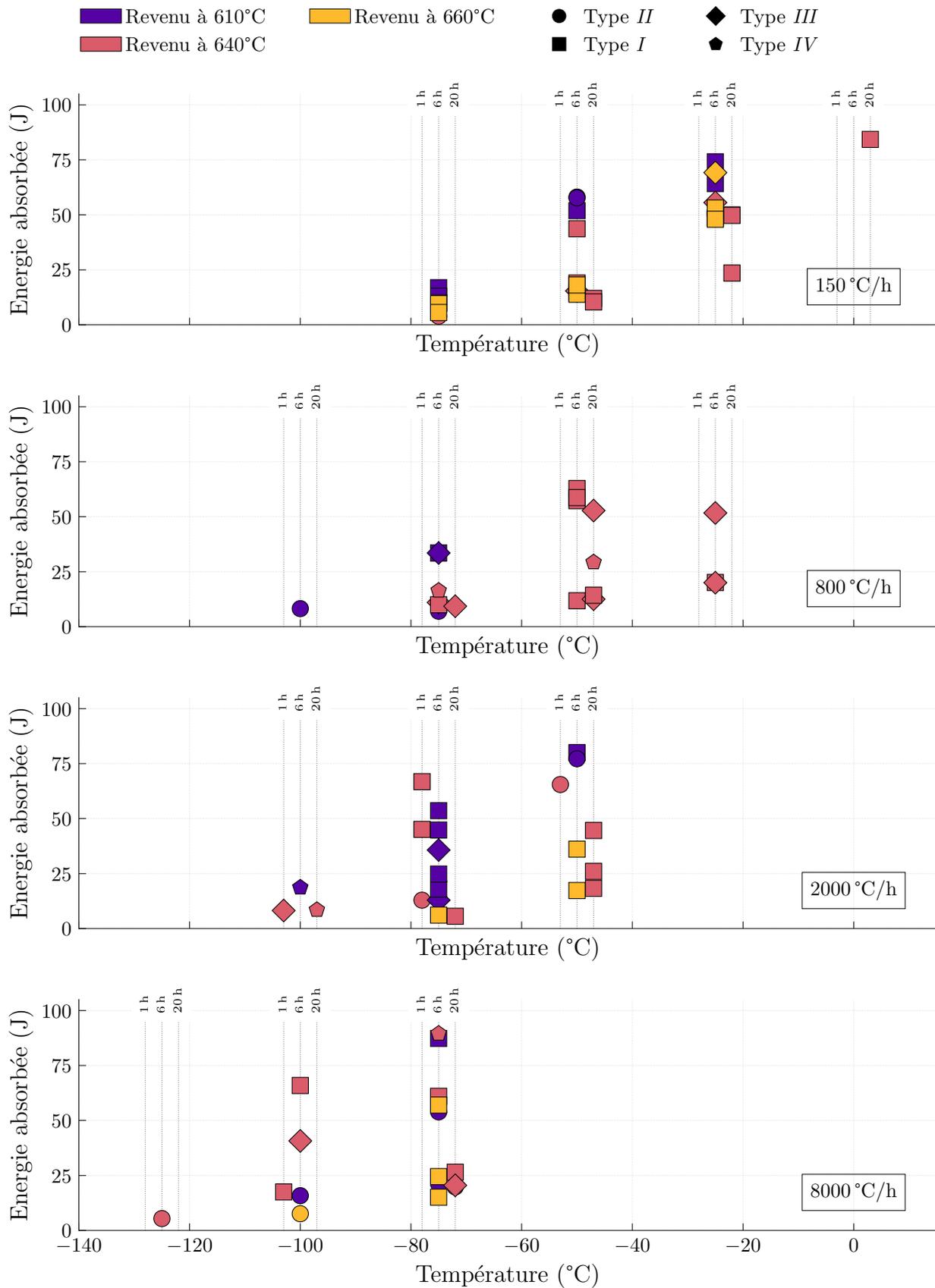


FIGURE 5.28 – Mis en regard des résultats d’essais de résilience (température et énergie absorbée) avec le type d’amorçage associé.

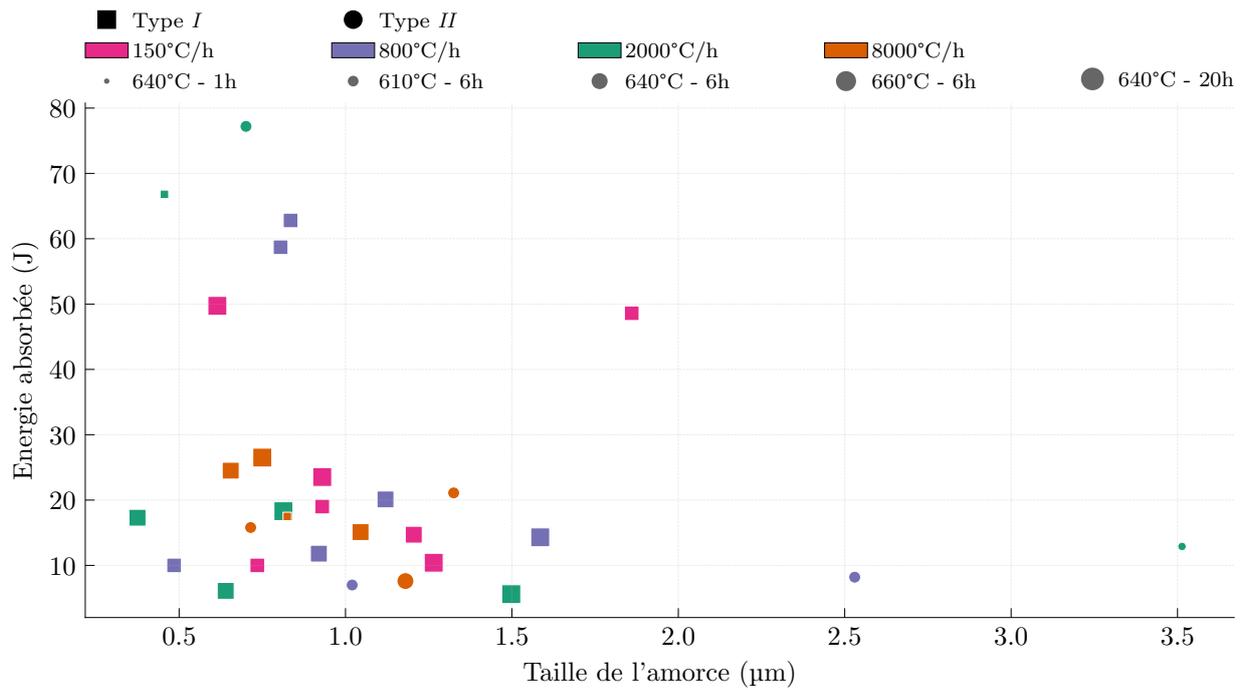


FIGURE 5.29 – Mise en regard entre l'énergie absorbée lors de l'essai de résilience, taille de l'amorce de clivage, paramètres de traitement thermique et type d'amorce. Le paramètre de revenu est indiqué par la taille des symboles.

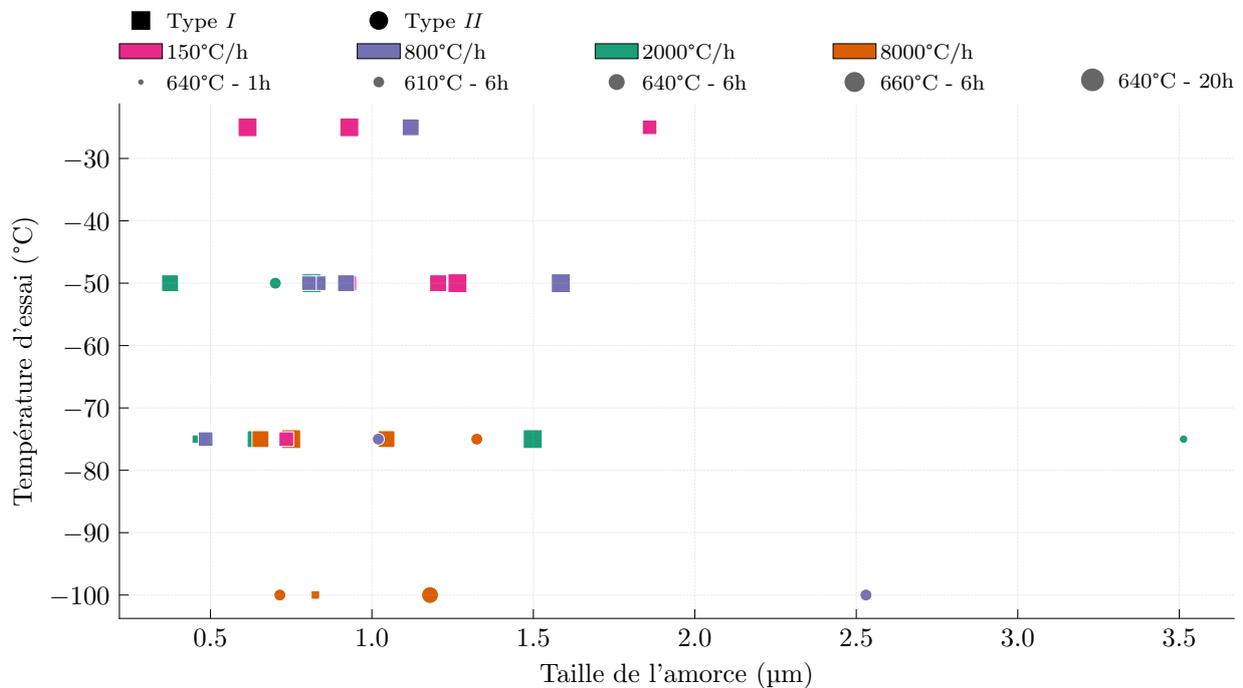


FIGURE 5.30 – Mise en regard entre l'énergie absorbée lors de l'essai de résilience, taille de l'amorce de clivage, paramètres de traitement thermique et type d'amorce.

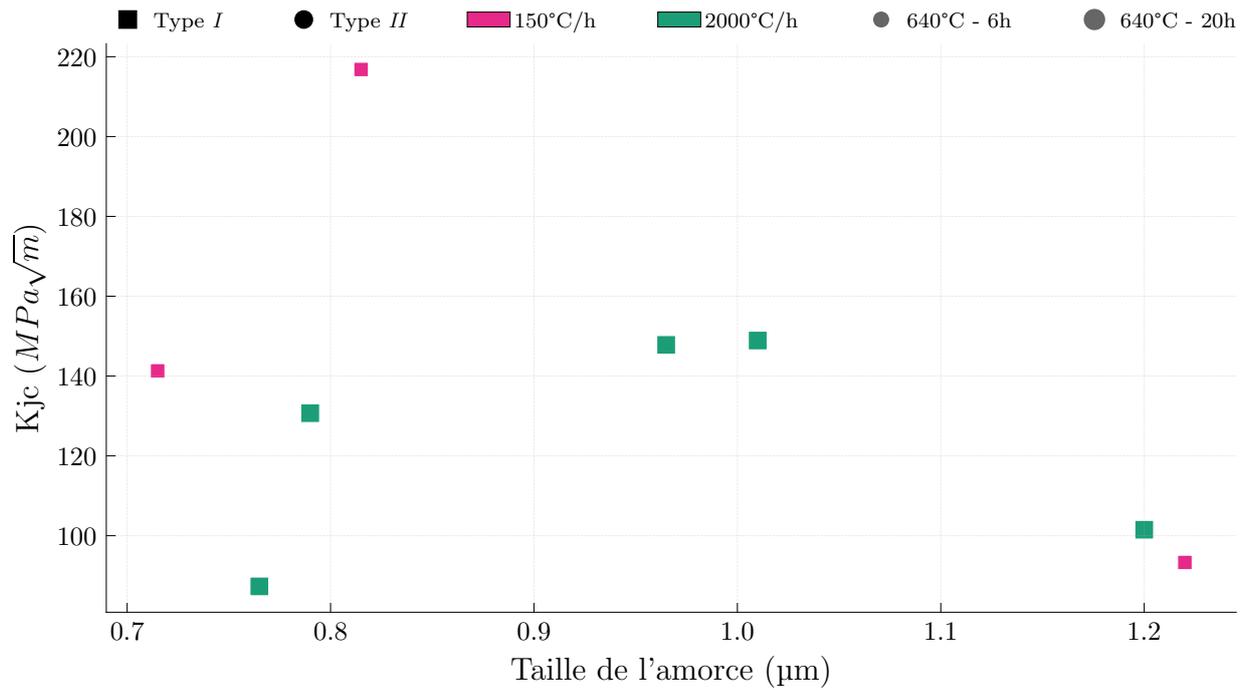


FIGURE 5.31 – Mise en regard entre la ténacité, taille de l'amorce de clivage et paramètres de traitement thermique.

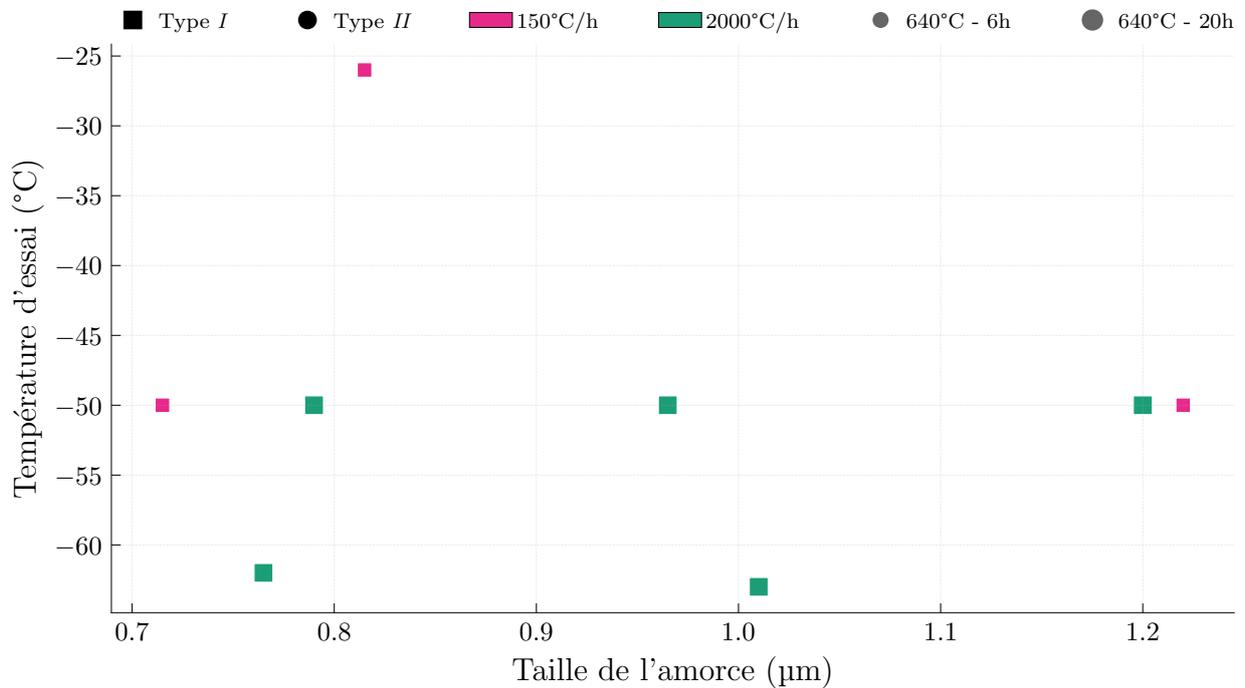


FIGURE 5.32 – Recherche d'une relation entre la température de l'essai de ténacité, la taille de l'amorce de clivage, les paramètres de traitement thermique.

Conclusions de la section

Nous avons pu voir que les caractéristiques des sites d'amorçage ne sont pas corrélées aux propriétés mécaniques. Le type, la position ou la taille de l'amorce ne peuvent pas être reliés de manière directe aux paramètres de traitement thermique ou aux résultats d'essais. Plutôt que de tenter de relier directement amorçage et propriétés, nous allons étudier le lien entre amorçage et contraintes/déformations critiques de clivage, à l'aide des résultats de la campagne d'essais de traction sur éprouvettes entaillées, ce qui pourra peut-être nous fournir le chaînon manquant entre propriétés à rupture et microstructure.

4 Campagne d'essais de traction sur éprouvette entaillée : Recherche d'un lien entre caractéristiques du site d'amorçage et contrainte critique

Objectifs de la section

La campagne d'essais sur les éprouvettes de traction entaillées, doublée de calculs par éléments finis, nous a permis de déterminer les contraintes critiques de clivage pour 25 éprouvettes avec 5 conditions de traitement thermique différentes (tableau 4.1). Nous avons pu voir qu'il semblait y avoir un lien entre la contrainte critique et la température de transition. Nous cherchons ici à déterminer si les caractéristiques du site d'amorçage que nous avons pu déterminer sont, ou non, corrélées avec la contrainte critique de clivage.

4.1 Effet du type de site

La figure 5.33 met en relation le type d'amorçage, la température de transition T_{41J} et la contrainte critique de clivage. Comme nous avons pu le voir dans le chapitre précédent, il existe une corrélation entre la contrainte critique de clivage et les températures de transition en résilience : plus la contrainte critique de clivage est élevée, plus la température de transition T_{41J} est basse. Néanmoins, peut-être dû au nombre limité d'essais, le type de site de clivage n'est pas corrélé avec les valeurs de contraintes critiques ou de paramètres de traitement thermique. Nous noterons que le type I est systématiquement observé pour les valeurs de T_{41J} les plus élevées.

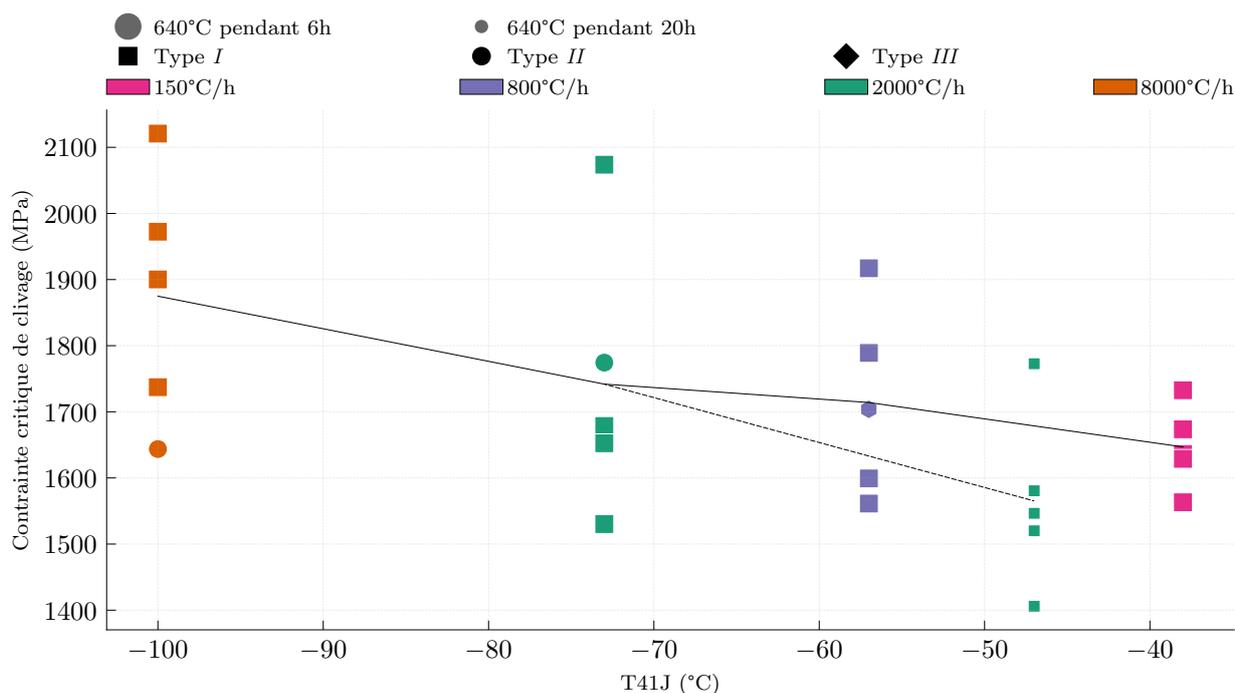


FIGURE 5.33 – Contrainte critique de clivage en fonction de la température de transition T_{41J} , des paramètres de traitement thermique et du type de site d'amorçage.

4.2 Effet possible de la taille de l'amorce de clivage

Au cours de cette campagne, la taille des amorces de clivage a pu être évaluée. Le critère de Griffith, introduit au chapitre 1, permet de relier contrainte critique de clivage et taille caractéristique des amorces. $\sigma_c = \sqrt{\frac{\pi E \gamma}{2(1-\nu^2)a}}$ où a correspond à la taille de la fissure de Griffith, que l'on assimile ici à la taille de l'amorce (nous avons mesuré in fine une taille de fissure et non une taille de particule). La figure 5.34 suivante donne la relation entre la taille des amorces observées sur les éprouvettes de traction entaillées et la contrainte critique associée. Nous avons tracé également deux courbes qui représentent le lien entre contrainte critique et taille d'amorce pour deux énergies de surface différentes via le critère de Griffith. Bien que les paires contrainte critique – taille d'amorce correspondent à des énergies de surface effective cohérentes avec les valeurs trouvées dans la littérature (voir chapitre 1, figure 1.36), il ne semble pas se dégager de relation très marquée entre la contrainte critique (issue du calcul par éléments finis) et la taille de l'amorce. Ce résultat apparaît cohérent avec ceux de CHEKHONIN et al. (2023) qui n'observent pas non plus de corrélation entre ces grandeurs. Toutefois, dans notre cas, nous observons une faible corrélation négative qui pourrait être le résultat d'un effet de taille convolué à un autre effet de microstructure. Un unique critère de Griffith ne semblez donc pas pertinent (énergie de surface effective unique), à ces échelles, pour l'ensemble des microstructures. La détermination de la contrainte critique locale au niveau de la microstructure pourrait présenter des résultats différents.

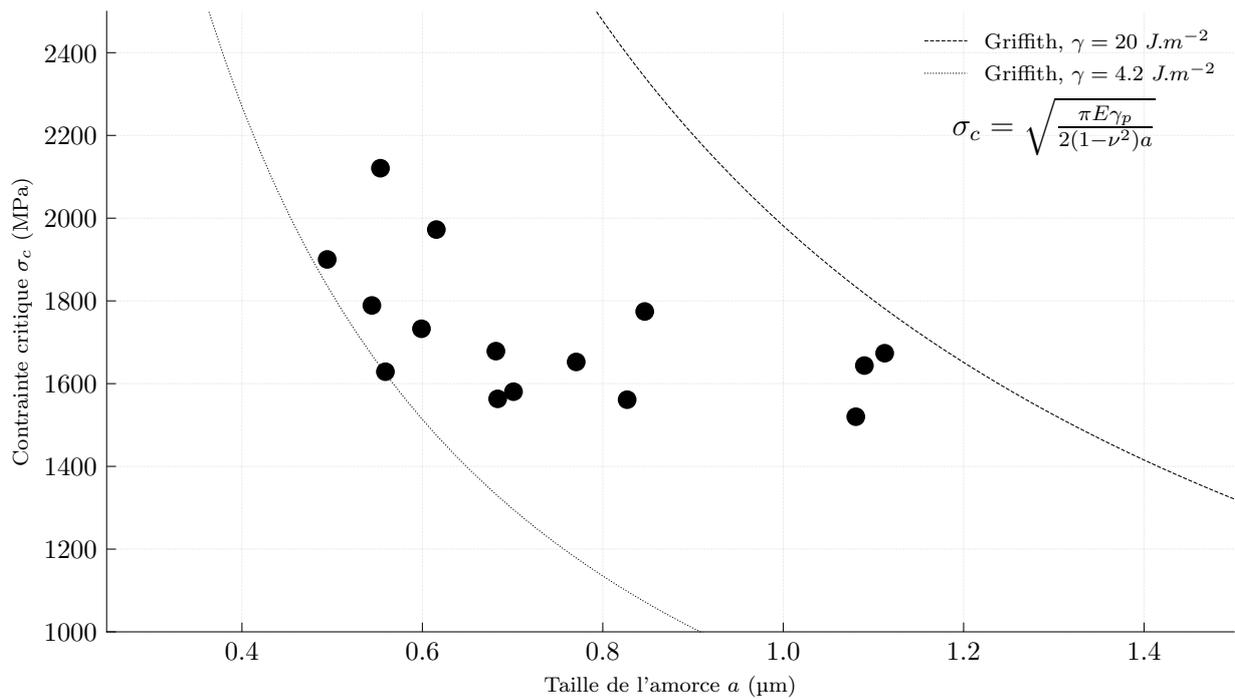


FIGURE 5.34 – Évaluation entre la taille caractéristique de l'amorce de clivage et la contrainte critique déterminée par éléments finis sur les mêmes éprouvettes, à l'aide d'un critère de Griffith. $E = 207 \text{ GPa}$, $\nu = 0.3$

4.3 Effet de la position du site d'amorçage des éprouvettes de traction entaillées

La figure 5.35 met en regard contrainte critique de clivage, position du site d'amorçage, type de site d'amorçage et paramètres de traitement thermique. Elle permet de conclure que la position du site d'amorçage n'est pas non plus corrélée à aucun de ces paramètres. Ce phénomène se comprend dans la mesure où l'amorçage de la rupture fragile se produit sur des sites répartis aléatoirement dans la matière. En fonction de l'éprouvette, le site déclenché sera plus ou moins proche du centre. Il se peut que le traitement thermique influe sur la densité de ces sites, mais ce phénomène n'est pas perceptible dans le cadre de cette campagne faute de disposer d'un nombre d'éprouvettes suffisant.

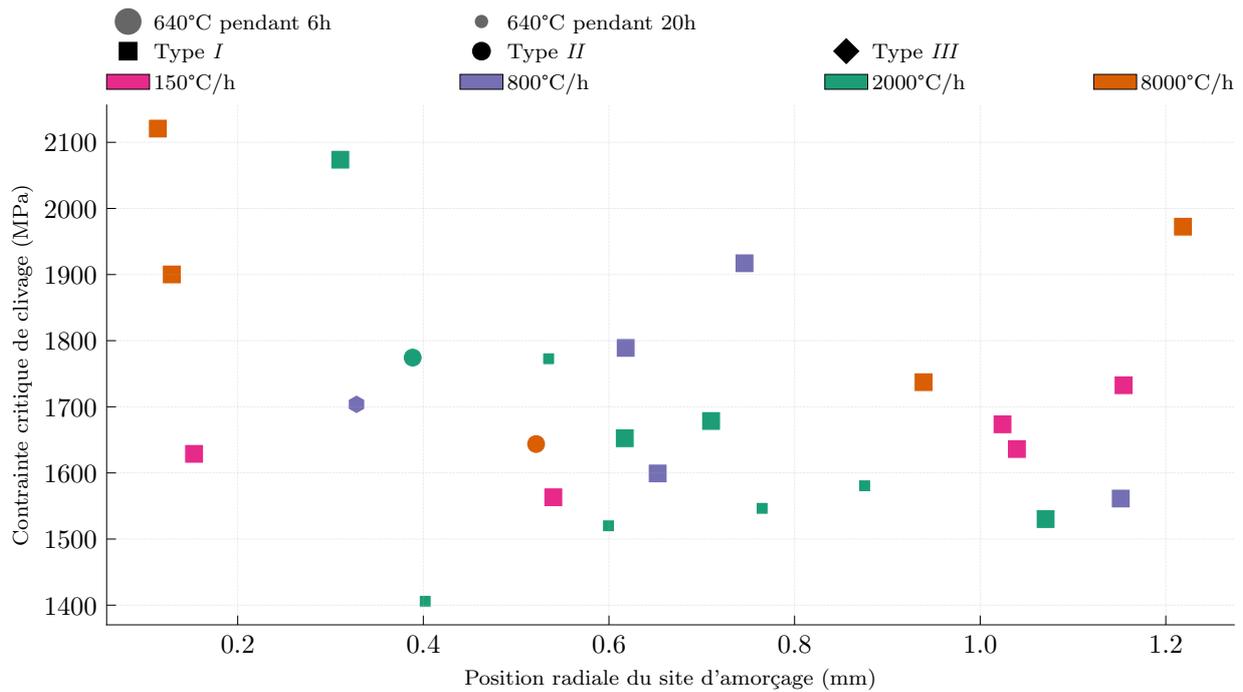


FIGURE 5.35 – Contrainte critique de clivage en fonction de la position du site d'amorçage sur le faciès de rupture, des paramètres de traitement thermique et du type de site d'amorçage.

4.4 Effet de la taille de la première facette de clivage

Enfin, la taille de la première facette de clivage a également été évaluée. La littérature indique que la rupture fragile peut être contrôlée par la propagation de la fissure de grain en grain par franchissement de barrières microstructurales plus ou moins désorientées. Nous pouvons vérifier ici si la taille de grain adjacent au site d'amorçage via lequel la fissure s'est propagée de l'amorce vers la matrice (donc de facette de clivage) est corrélée à la contrainte critique de clivage. Comme nous pouvons le voir sur la figure 5.36, il n'y a pas de relation marquée entre la taille de la première facette de clivage et les paramètres de traitement thermique. Nous aurions pu nous attendre à ce que la taille de cette facette décroisse avec l'augmentation de la vitesse de refroidissement du fait de l'affinement de la microstructure, ce qui n'est pas le cas sur la figure. Toutefois, il semble exister une tendance apparente à la diminution de la contrainte critique avec l'augmentation de la taille de la première facette. La raison de cette corrélation n'est pas nécessairement directe.

D'autre part, il faut noter que la définition des limites de la première facette de clivage reste difficile. De plus, la mesure de la taille n'est qu'une estimation dans la mesure où les facettes sont inclinées par rapport au plan d'observation (perpendiculaire au faisceau d'électrons). L'effet des différentes définitions de première facette de clivage pourrait être étudié avant de se prononcer sur la pertinence de cette mesure.

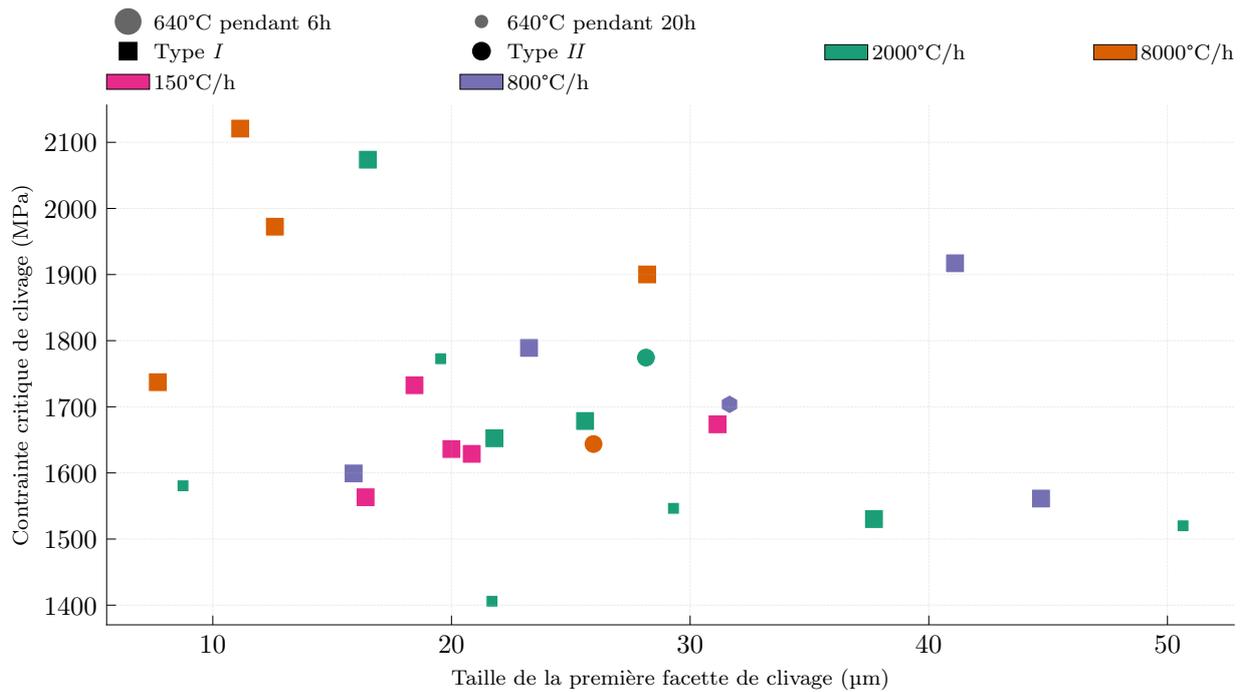


FIGURE 5.36 – Contrainte critique de clivage en fonction de la taille de la première facette de clivage, des paramètres de traitement thermique et du type de site d’amorçage.

Conclusions de la section

Bien que la contrainte critique de clivage soit corrélée avec la température de transition ductile-fragile, nous n’avons pas pu identifier de paramètre fractographique (type, position, taille de l’amorce, taille de la première facette de clivage) relatif au site d’amorçage qui aurait une influence sur cette contrainte critique. Il semble donc y avoir d’autres paramètres d’influence sur la contrainte critique de clivage que nous n’avons pas pu identifier dans cette étude. Un aspect à étudier avec plus d’attention serait le joint d’amorçage et l’environnement cristallin autour du site d’amorçage. En effet, ces aspects sont cruciaux car ils déterminent les conditions de contraintes et de déformations locales susceptibles d’amorcer la rupture. Les écarts de contraintes observés entre contraintes critiques ne sont peut-être pas si significatifs.

Conclusions

Les recherches exposées dans ce chapitre nous ont permis de définir une méthodologie d'étude fractographique adaptée à l'étude des faciès de rupture fragile des aciers de cuve. À partir d'une campagne d'étude complète des éprouvettes de résilience dans le domaine fragile, nous avons identifié une typologie d'amorçage commune à toutes les microstructures de l'étude. Deux sites d'amorçage principaux se dégagent : un amorçage très majoritaire sur un carbure enrichi en manganèse localisé sur un joint, qui semble être un ancien joint de grain austénitique et un amorçage sur inclusion, généralement une particule de TiN ou un amas $TiN + MnS$. Si l'amorçage sur inclusions avait déjà été observé à de nombreuses reprises et bien que l'amorçage sur carbure avait été théorisé, il s'agit de l'une des premières fois où l'amorçage sur carbure a pu être identifié de manière systématique sur une gamme large de microstructures. Une troisième catégorie de sites regroupe les sites où aucun constituant microstructural n'a pu être observé. Néanmoins, ces sites, localisés en bord de facette, sont systématiquement déchirés de manière ductile, ce qui laisse à penser qu'il s'agit peut-être d'amorçage sur carbure mais dont le site précis serait masqué par la déchirure.

Nous avons ensuite cherché à relier les caractéristiques de l'amorçage avec les propriétés mécaniques, les paramètres de traitement thermique et les contraintes critiques déterminées dans le chapitre 4. Cependant, le type, la position ou la taille caractéristique de l'amorçage sont identiques à tous les paramètres de traitement thermique et aux propriétés mécaniques. De plus, bien que la contrainte critique de clivage soit corrélée avec certaines propriétés à rupture, le mécanisme d'amorçage est commun à tous les niveaux de contraintes critiques. Il est notamment intéressant de remarquer que nous n'observons pas de corrélation marquée entre la taille des amorces de clivage ou la taille de la première facette de clivage et la contrainte critique de clivage déterminée expérimentalement. Il semble donc y avoir d'autres paramètres microstructuraux qui impactent la contrainte critique. Une piste d'étude pourrait être l'étude des joints où l'amorçage a lieu.

Les contraintes critiques de clivage, déterminées à partir d'un champ de contraintes continu dans un matériau homogène, ne permettent pas de décrire le comportement à rupture de manière complète en relation avec les paramètres microstructuraux. Une hypothèse importante de ces modèles est que l'amorçage se fait par des défauts, qui apparaissent suite à la rupture des carbures en général. La contrainte critique de clivage associée à ces défauts est calculée en les assimilant à des fissures de Griffith, ce qui ne semble pas être vérifié dans notre étude. Cependant, la contrainte critique que nous avons déterminée n'est pas peut-être pas définie à la bonne échelle. En effet, elle est déterminée sur un champ de contraintes homogène peu perturbé sur plus d'une dizaine de micromètres tandis que nous la comparons à des éléments microstructuraux de taille micrométrique.

Bibliographie du chapitre 5

- BENAROSCH, Anna (2021). « Cinétiques de Précipitation de Carbures Dans Des Alliages Bainitiques Modèles » (cf. p. 242).
- BEREMIN, F. M. (1983). « A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel ». *Metallurgical Transactions A* 14.11, p. 2277-2287. DOI : [10.1007/BF02663302](https://doi.org/10.1007/BF02663302) (cf. p. 224).
- CHEKHONIN, Paul, Aniruddh DAS, Frank BERGNER et Eberhard ALTSTADT (2023). « Microstructural Characterisation of Brittle Fracture Initiation Sites in Reactor Pressure Vessel Steels ». *Nuclear Materials and Energy* 37, p. 101511. DOI : [10.1016/j.nme.2023.101511](https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101511) (cf. p. 234, 237, 238, 265).
- GUPTA, Laxya, Bikas C. MAJI, Suman NEOGY, R.N. SINGH et Madangopal KRISHNAN (2022). « Precipitation Behaviour of 20MnMoNi55 RPV Steel in the Temperature Range of 630–670 °C ». *Materials Today Communications* 30, p. 103096. DOI : [10.1016/j.mtcomm.2021.103096](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.103096) (cf. p. 242).
- HAUSILD, Petr (2002). « Transition ductile-fragile d'un acier faiblement allié ». Thèse. Ecole Centrale Paris (cf. p. 259).
- HAVERKAMP, K.D., K. FORCH, K.-H. PIEHL et W. WITTE (1984). « Effect of Heat Treatment and Precipitation State on Toughness of Heavy Section Mn-Mo-Ni-steel for Nuclear Power Plants Components ». *Nuclear Engineering and Design* 81.2, p. 207-217. DOI : [10.1016/0029-5493\(84\)90008-6](https://doi.org/10.1016/0029-5493(84)90008-6) (cf. p. 241).
- TANGUY, B., J. BESSON, R. PIQUES et A. PINEAU (2005). « Ductile to Brittle Transition of an A508 Steel Characterized by Charpy Impact Test Part I : Experimental Results ». *Engineering Fracture Mechanics* 72.1, p. 49-72. DOI : [10.1016/j.engfracmech.2004.03.010](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2004.03.010) (cf. p. 259).

Conclusion et perspectives

1 Rappel

L'objectif de notre étude était d'explorer systématiquement les liens propriétés à rupture fragile, microstructures et conditions de traitement thermique. En partant d'un même matériau de type 18MND5 homogène, dix-huit traitements thermiques ont été réalisés et caractérisés.

2 Conclusions de l'étude

Le matériau de base a été caractérisé pour connaître précisément le point de départ de notre étude, évaluer les hétérogénéités présentes et déterminer les transformations de ce matériau à suite du traitement thermique. Il présente notamment des microségrégations et nous avons obtenu de ce fait 18 mélanges microstructuraux, allant d'un mélange entre bainite granulaire, ferrite proeutectoïde aux faibles vitesses de refroidissement ($150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$) jusqu'à un mélange de bainite supérieure et inférieure aux vitesses de refroidissement élevées ($8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$).

Ces dix-huit microstructures ont été caractérisées du point de vue des propriétés mécaniques. La résistance mécanique et la limite d'élasticité sont comprises dans un intervalle d'environ 120 MPa.

- La résistance mécanique et la limite d'élasticité augmentent avec l'augmentation de la vitesse de trempe (+35 MPa environ) ou la diminution de la durée (+60 MPa environ) ou de la température de revenu (+60 MPa environ).
- La ductilité est relativement peu impactée par les conditions de traitement thermique.

Pour les propriétés en résilience, des variations significatives ont également été observées.

- L'énergie au palier ductile augmente avec l'augmentation de la vitesse de trempe (+44J) ou l'augmentation de la durée (+29J) ou de la température de revenu (+31J).
- La température de transition diminue avec l'augmentation de la vitesse de trempe (-62 °C) ou la diminution de la durée (-29 °C) ou de la température de revenu (-42 °C).

Les corrélations suivantes ont également été identifiées ou vérifiées :

- Corrélation entre la dureté et la résistance mécanique.
- Corrélation entre la limite d'élasticité et la température de transition *T_{41J}*.

- Corrélation entre la striction, la résistance mécanique ou la limite d'élasticité et énergie absorbée au palier ductile.
- Corrélation entre la température de transition T_{41J} et température Master Curve T_0 .

Trois microstructures ont également été testées en ténacité en utilisant l'approche de la Master Curve. Ces résultats doivent être complétés pour définir les tendances et les effets du traitement thermique. Nous noterons toutefois la corrélation marquée entre la température T_0 et la température transition T_{41J} .

Afin d'obtenir des informations sur le comportement à rupture, la méthode du Load Diagram, le calcul des contraintes critiques par éléments finis sur éprouvette de traction entaillée et la détermination de la contrainte σ_u via le modèle de Beremin ont été utilisés. Il en ressort un comportement commun entre les matériaux et les essais avec un effet fort de la vitesse de refroidissement qui améliore les propriétés et la durée de revenu qui les dégrade.

Pour comprendre les différences de propriétés entre les microstructures, une campagne d'expertise fractographique systématique a été menée dans le bas de la transition ductile-fragile, sur les éprouvettes de traction entaillées et des éprouvettes de ténacité pour un total de 124 éprouvettes observées. Une typologie commune à toutes les microstructures a été identifiée. Trois types d'amorçage ont été définis. L'amorçage le plus fréquent est un amorçage sur un carbure situé dans un joint. Ce carbure est surtout riche en fer et manganèse mais contient aussi du molybdène et du chrome dans une moindre mesure. Une première étude du joint où se produit l'amorçage semble indiquer qu'il s'agit d'un ancien joint de grains austénitiques, bien que cette tendance doive être confirmée par une campagne de caractérisation plus complète. La taille de ces carbures varie peu et vaut en moyenne $0.9 \mu\text{m}$. Cette taille, qui varie peu, pourrait provenir d'une combinaison entre échantillonnage par le chargement mécanique et taille (donc nocivité) des particules d'amorce. La morphologie de ces carbures est très diverse et souvent irrégulière. L'observation de ce site est très récente (publication octobre 2023). Le deuxième site d'amorçage le plus fréquent est l'amorçage sur une inclusion. Cet amorçage est depuis longtemps identifié dans la littérature. Dans le cas de notre étude l'amorçage s'est fait sur des inclusions ou amas d'inclusions de taille micrométrique. Les particules de TiN et les amas $TiN + MnS$ sont les principales amorces. Enfin la troisième catégorie regroupe les sites dont l'amorçage se fait au joint mais où la déchirure ductile ne permet pas d'étudier le site plus en détail. Il s'agit donc peut-être d'un troisième type d'amorçage ou d'un amorçage du premier type masqué par l'endommagement post amorçage. Cette typologie d'amorçage est commune à tous les traitements thermiques et sans corrélation avec les paramètres de traitement thermique, le type d'éprouvettes et les autres caractéristiques morphologiques de l'amorçage. Il semble donc que quelle que soit la microstructure le mécanisme d'amorçage soit le même. Par ailleurs, la comparaison entre les propriétés de résilience et les propriétés en traction montre qu'un niveau de résistance plus élevé s'accompagne d'une température de transition plus basse. Il semble donc que les variations de comportement macroscopique, à la fois au niveau du comportement mais aussi au niveau des variations locales de la première contrainte principale, ne puissent pas expliquer les variations de propriétés à rupture. Cela suggère que les micro-mécanismes d'activation du clivage, dont ces travaux démontrent qu'ils ont lieu à des échelles inférieures (joints de grains, particules micrométriques), ne peuvent être décrit par les

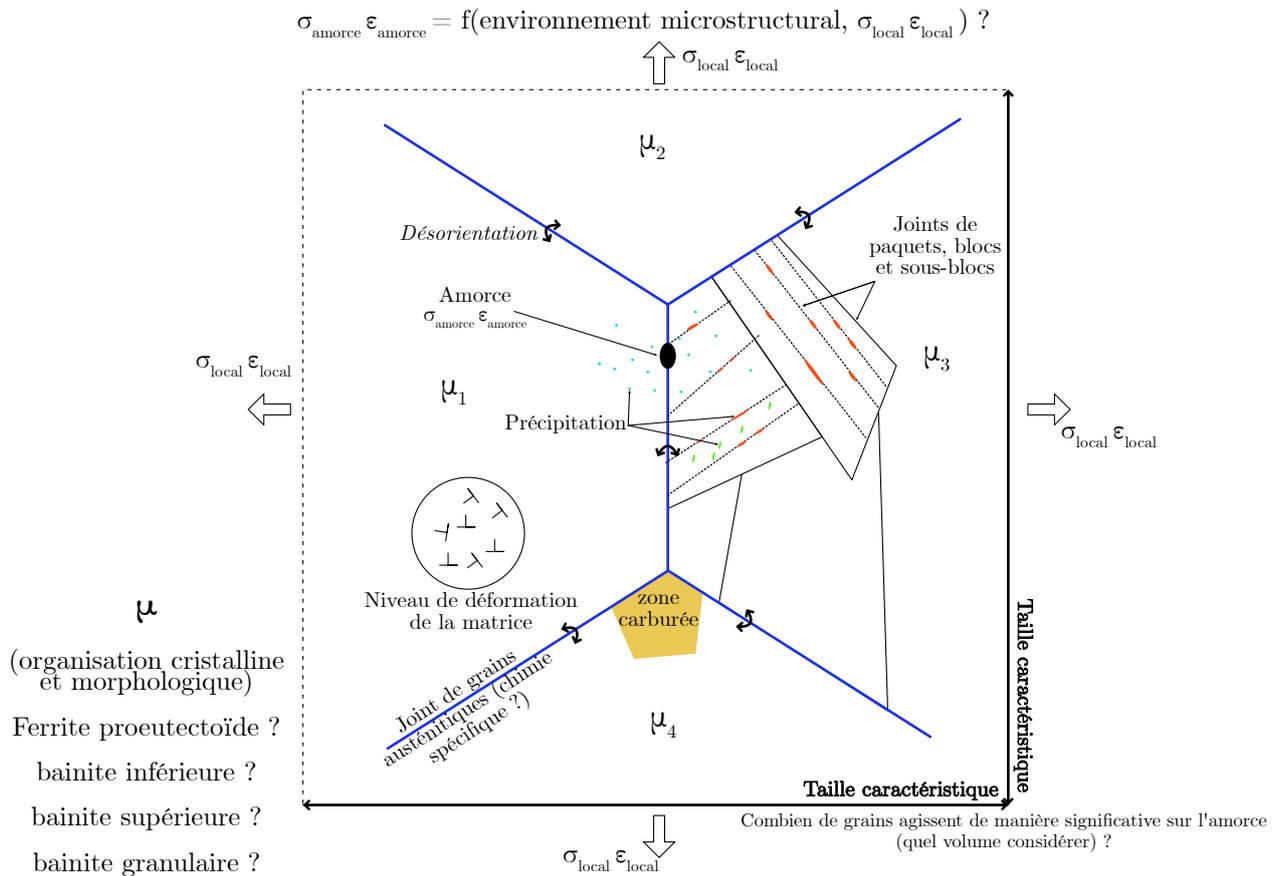


FIGURE 6.37 – Illustration schématique de l’environnement microstructural autour de l’amorce, à l’origine du mécanisme complémentaire de l’amorçage.

méthodes de modélisation à l’échelle supérieure utilisées dans nos travaux et qu’il reste une partie du mécanisme d’activation, d’origine microstructurale, encore non explicitée. Le schéma de la figure 6.37 donne à voir les différents éléments microstructuraux qui peuvent interagir dans ce mécanisme.

3 Ouverture et perspectives

La base de données expérimentales pourrait être complétée avec les essais de ténacité, en utilisant, l’approche de la Master Curve. Ces essais pourraient de plus être simulés par éléments finis pour généraliser la détermination des contraintes critiques de clivage et valider les tendances observées et notamment l’approche du Load Diagram.

La caractérisation approfondie des sites d’amorçage sur carbure pourrait se révéler être une piste intéressante. D’une part le carbure lui-même doit être mieux caractérisé. Une fois sa « carte d’identité » connue, une étude microstructurale pourrait être faite avec pour but de comprendre les conditions de formation et de transformation de ce carbure et donc à terme d’en contrôler l’apparition pour améliorer les propriétés. D’autre part, le joint d’amorçage doit être mieux connu. Les premières caractérisations indiquent qu’il s’agirait d’anciens joints de grains austénitiques. Cette observation doit être vérifiée. Par ailleurs, l’environnement cristallin autour du site d’amorçage peut être mieux caractérisé afin de pouvoir, à terme, simuler les conditions

vraiment locales de l'amorçage, et peut-être expliquer les différences de propriétés macroscopiques observées, en faisant évoluer les modèles micromécaniques. Les résultats obtenus peuvent également être exploités pour retravailler les modélisations par approche locale. L'interaction matrice-particule serait notamment un point d'étude, notamment au niveau de l'activation de ces mécanismes de rupture communs dans des conditions différentes.

Annexes

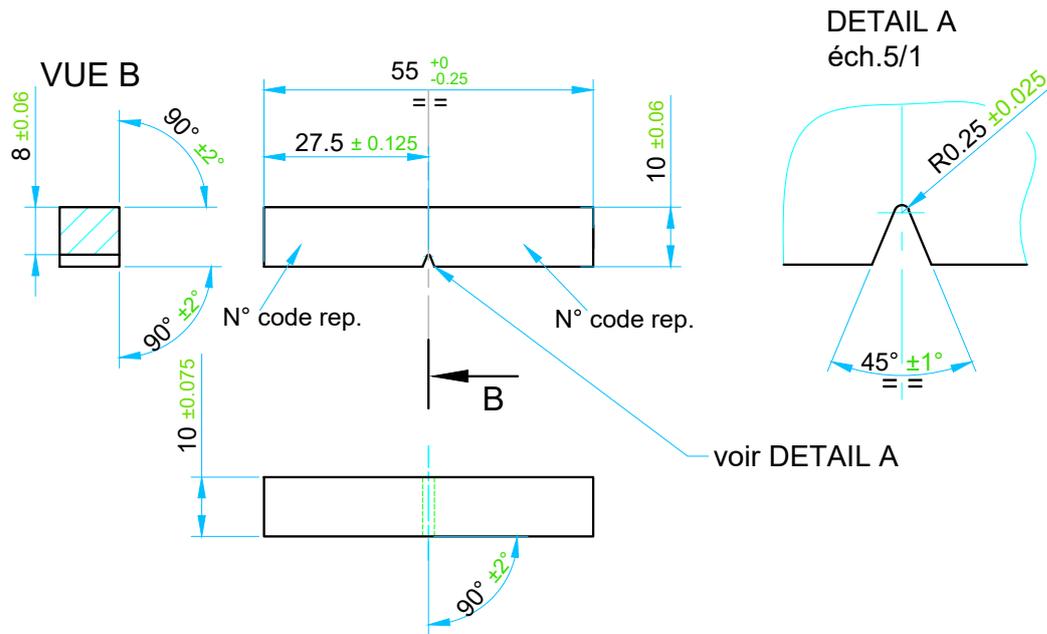
Annexes

1 Résilience

Les matériaux cubiques centrés, comme les aciers ferritiques présentent une transition ductile-fragile. À basse température, le mode de rupture est fragile et l'énergie absorbée lors d'un essai de résilience est minimale et constante. À haute température, le mode de rupture est ductile : l'énergie absorbée est maximale et constante. La transition ductile-fragile correspond à la plage de températures où le matériau passe progressivement d'un mode à l'autre. Elle est caractérisée par une grande dispersion des résultats d'essais (supérieure à celles observées pour les modes purement fragile ou purement ductile). Cette partie traite des méthodes expérimentales de détermination et d'analyse des essais de résilience et de la transition ductile-fragile du matériau de l'étude.

Les essais de flexion par choc ont été réalisés au CEA (Laboratoire LC2M) sur un mouton pendule RKP 450 de marque Roell Amsler d'énergie maximale 450 J mais configuré ici en 300 J. Ces essais ont été réalisés en accord avec la norme ISO 148-1 et sont accrédités COFRAC. La vitesse d'impact du marteau est de $5,23 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Les essais sont instrumentés, ce qui nous permet d'obtenir la courbe de la charge en fonction du temps ou du déplacement de l'éprouvette.

La figure présente le plan des éprouvettes utilisées pour l'étude. Il s'agit d'éprouvettes Charpy standard de dimensions $55 \times 10 \times 10 \text{ mm}$ avec une entaille en V de 2 mm de profondeur. Les dimensions de ces éprouvettes répondent à la norme ISO 1481 et ont été vérifiées avant essai.



Tolérance pour les côtés adjacents : $90^\circ \pm 2^\circ$.

FIGURE A.38 – Plan de l'éprouvette Charpy standard de résilience utilisée pour les essais.
Source : CEA

À la suite d'un essai de résilience, les grandeurs suivantes sont déterminées :

- Énergie à rupture : énergie absorbée par l'éprouvette pour la rompre. Elle est définie classiquement comme la différence d'énergie potentielle entre les positions initiale et finale du marteau à laquelle il faut enlever l'énergie dissipée par les frottements. Lors de sa chute le marteau acquiert de l'énergie cinétique qui est transmise en partie à l'éprouvette lors du choc. L'énergie cinétique restante est convertie en énergie potentielle lors de la remontée du marteau et la différence entre l'énergie potentielle finale et initiale correspond à l'énergie absorbée par l'éprouvette lors de sa rupture. Cette mesure est faite à l'aide d'un codeur angulaire fixé sur l'axe de rotation du marteau. On considère que l'énergie cinétique acquise par l'éprouvette est négligeable dans le bilan global. Dans le cas d'un essai instrumenté l'énergie absorbée correspond à l'aire sous la courbe de la courbe charge en fonction du déplacement (figure A.39).
- Expansion latérale : augmentation de la largeur de l'éprouvette (perpendiculairement à l'axe de propagation de la rupture) suite à l'essai. Cette mesure quantifie la déformation macroscopique de l'éprouvette. Plus la déformation est importante plus l'énergie absorbée est importante (contribution importante de la dissipation plastique). L'expansion latérale est mesurée sur la face opposée à celle de l'entaille en évaluant l'augmentation de la largeur de l'éprouvette au droit de la rupture.
- Taux de cristallinité : c'est la proportion de la surface de rupture de l'éprouvette qui présente un faciès de rupture fragile. Dans le cas présent, celle-ci est déterminée indirectement au travers de la courbe charge-déplacement, suivant la norme ISO 14556, avec la formule

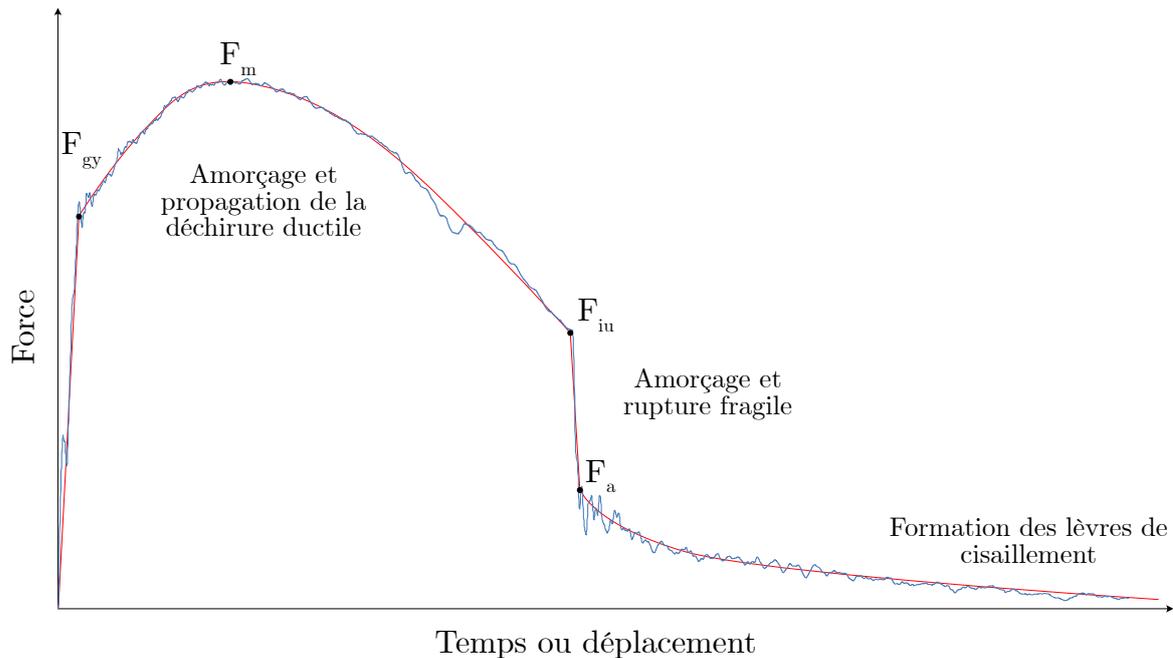


FIGURE A.39 – Courbe charge en fonction du temps typique d’un essai de résilience. La courbe bleue correspond aux données expérimentales et la courbe rouge aux données lissées.

suivante :

$$Cr(\%) = 100 \times \frac{F_{iu} - F_a}{2F_m - F_{gy}}$$

Les valeurs F_X correspondent aux points particuliers de la courbe charge déplacement de la figure A.39 :

- F_{gy} Force à l’écoulement plastique généralisé
- F_m Force maximale.
- F_{iu} Force à l’initiation de la propagation fragile de la fissure
- F_a Force à l’arrêt de la propagation fragile de la fissure.

Ces points sont également utilisés par l’approche du Load Diagram que nous présentons à la Section 1.

Cette méthode de détermination de la cristallinité suit la norme ISO 14556 et non la norme ISO 148–1 qui est appliquée pour le reste de l’essai. Elle considère que les chutes brutales de charge, qui absorbent peu d’énergie, sont liées à la rupture fragile et que seule la rupture ductile et la plasticité associée dissipent significativement de l’énergie dans la partie décroissante de la courbe.

Déterminer la transition du matériau consiste à multiplier ces essais en températures pour déterminer la zone de transition entre les deux régimes. Nous décrivons ici les principes méthodologiques qui ont été pris en compte pour la détermination des différents traitements thermiques.

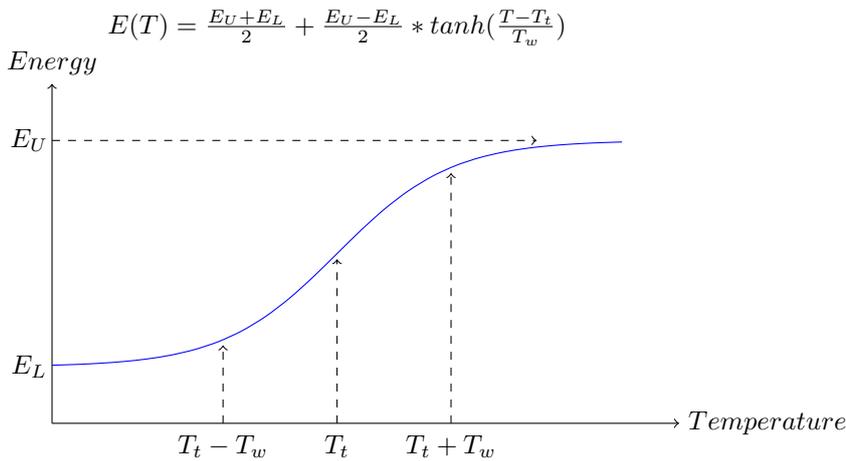


FIGURE A.40 – Schéma explicatif des paramètres de la fonction tangente hyperbolique utilisée pour les ajustements de transition.

Le plan d'expérience utilise un pas de 25 °C pour l'exploration de la transition fragile ductile. La résilience est d'abord évaluée à température ambiante, -50 °C et 100 °C. À partir des valeurs expérimentales obtenues, les essais suivants sont choisis et l'on procède ainsi de manière itérative pour construire la courbe de transition. Les principes suivants ont été suivis :

- Un essai minimum au palier fragile (dont l'énergie est estimé entre 5 et 12 J environ).
- Deux essais au moins à 100 °C pour déterminer le palier ductile.
- Trois essais au moins pour les températures situées en pleine transition notamment pour le début de la transition (zone de détermination des températures de transition T28J, T41J, T56J et T68J et $T_{k0.9}$) et pour le milieu de la transition (zone de détermination de la température T50% en cristallinité)

Une fois tous les essais réalisés, les transitions sont toutes ajustées avec une relation tangente hyperbolique à quatre paramètres de la forme (OLDFIELD, 1975), dont on donne l'expression pour la transition en énergie sur la figure A.40.

$$E(T) = \frac{E_U + E_L}{2} + \frac{E_U - E_L}{2} \tanh\left(\frac{T - T_t}{T_{hw}}\right)$$

Pour la transition en énergie, $E(T)$ désigne l'énergie de rupture, E_U désigne l'énergie du palier ductile, E_L l'énergie au palier fragile, T_t e désigne la température atteinte à la mi-transition et T_{hw} désigne la mi-largeur de la transition. L'identification des paramètres est faite par étapes :

1. La valeur de l'énergie à rupture au palier ductile que l'on définit comme la moyenne des énergies des essais à 0% de cristallinité. Ceci permet de réduire l'incertitude liée à l'ajustement (existence de minima locaux, multiplicité des couples de paramètres optimaux). Il permet aussi de découpler la détermination du palier ductile de la transition, ce qui a deux avantages :

- La détermination du palier ductile ne dépend plus des points appartenant à la transition et l'ajustement est donc plus claire. Cela permet d'avoir une définition commune à toutes les transitions donc de pouvoir comparer les paliers.

- Ainsi que le souligne TODINOV (1999), les résultats d’essais dans la transition et dans les paliers ductile et fragile sont révélateurs de mécanismes différents, qu’il convient donc d’ajuster séparément. Nous reprenons ici cette approche uniquement pour la détermination du palier haut : La dispersion des valeurs d’énergie absorbées dans les paliers ductile et fragile correspond à la dispersion propre à ces mécanismes de rupture. La dispersion dans la transition est en partie causée par la dispersion intrinsèque des phénomènes de rupture fragile et ductile mais surtout par la compétition entre ces deux types de rupture.
2. La température au palier fragile E_L , la température de mi-transition T_t et la mi-largeur de la transition T_{hw} sont identifiées sous Python avec une méthode des moindres carrés non linéaire (Algorithme de Levenberg-Marquardt). Pour la transition en cristallinité, la forme de la fonction est la même et l’on désigne par c_U la cristallinité au palier ductile, c_L la cristallinité au palier fragile, $T50\%$ la mi-largeur de la transition. Pour l’identification des paramètres, les valeurs de cristallinité aux paliers ductile et fragile sont respectivement fixées à 0. Pour la transition en expansion latérale, on désigne par $eluU$ l’expansion latérale au palier ductile, el_L l’expansion latérale au palier fragile, $T_t(el)$ la température atteinte à la mi-transition et $Th_w(el)$ la mi-largeur de la transition. Seule l’expansion latérale au palier fragile est fixée à 0 mm, les autres paramètres étant laissés libres.

En utilisant les fonctions d’ajustement en énergie, cristallinité et expansion latérale identifiées, les températures de transition sont déterminées :

- En énergie : T28J, T41J, T56J, T68J où TXXJ correspondant à la température ou l’énergie de rupture XX (en joules) est atteinte.
- En expansion latérale : $Tk0.9$ qui est la température où l’expansion latérale vaut 0.9 mm.
- En cristallinité : $T50\%$, qui est la température à 50% de cristallinité.

Ces valeurs sont communément utilisées, notamment dans les spécifications d’approvisionnement et les codes de dimensionnement, et permettent une comparaison entre différents matériaux et essais.

1.1 Résultats expérimentaux par traitement thermique

1.1.1 Refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$

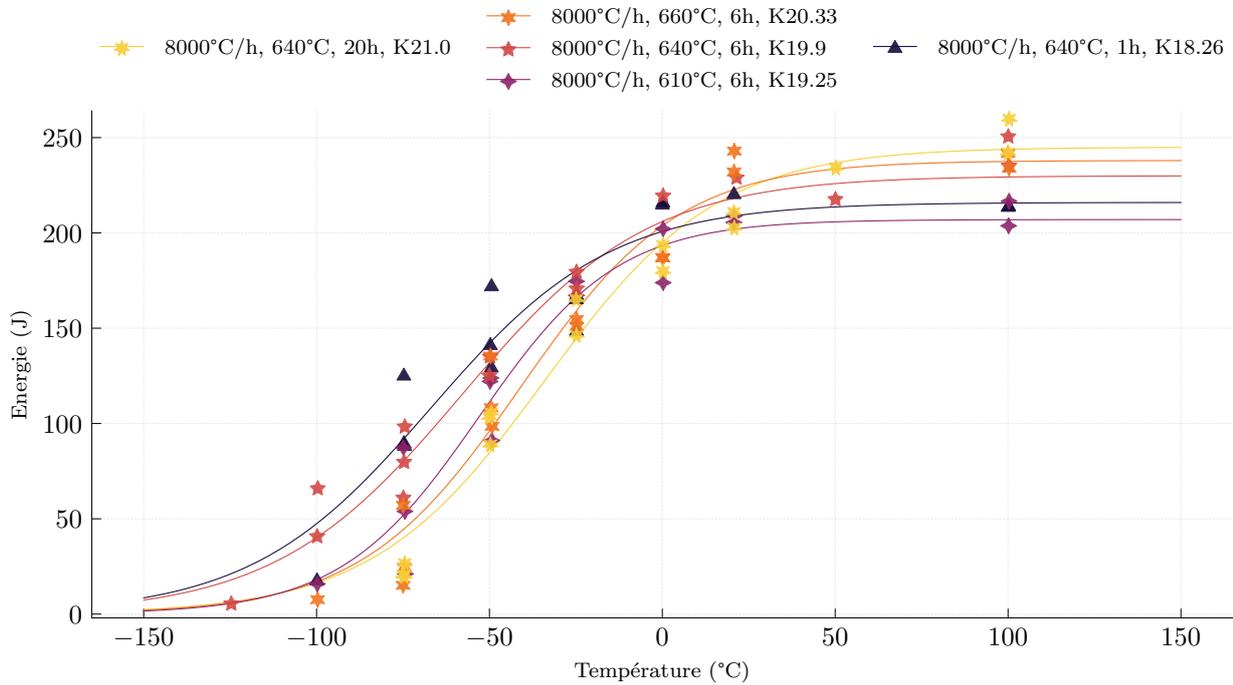


FIGURE A.41 – Comparaison des transitions ductile-fragile après un refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$.

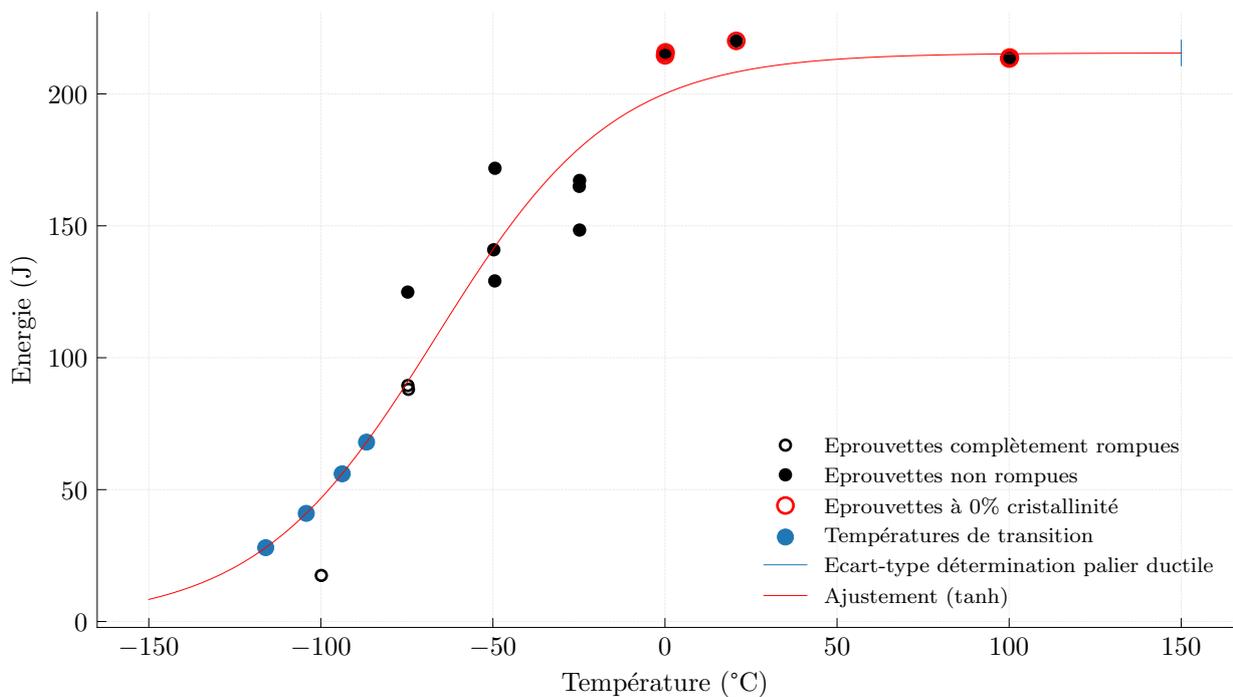


FIGURE A.42 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

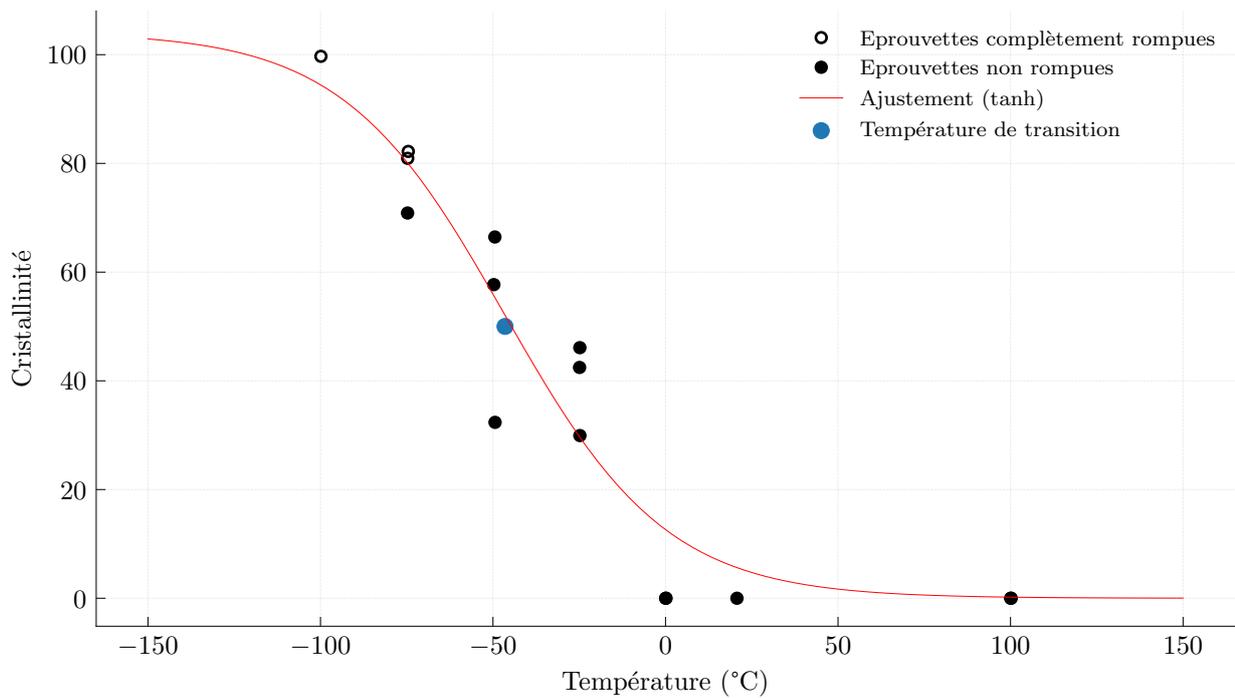


FIGURE A.43 – Courbe de transition ductile en cristallinité fragile du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

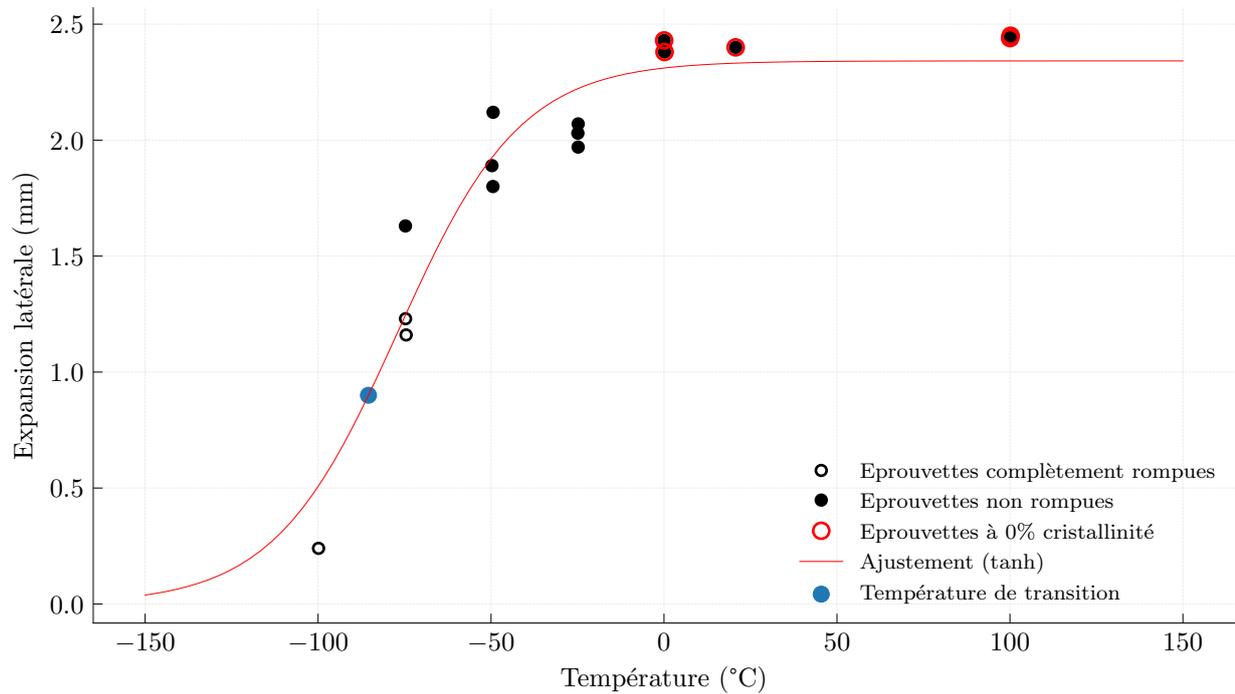


FIGURE A.44 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

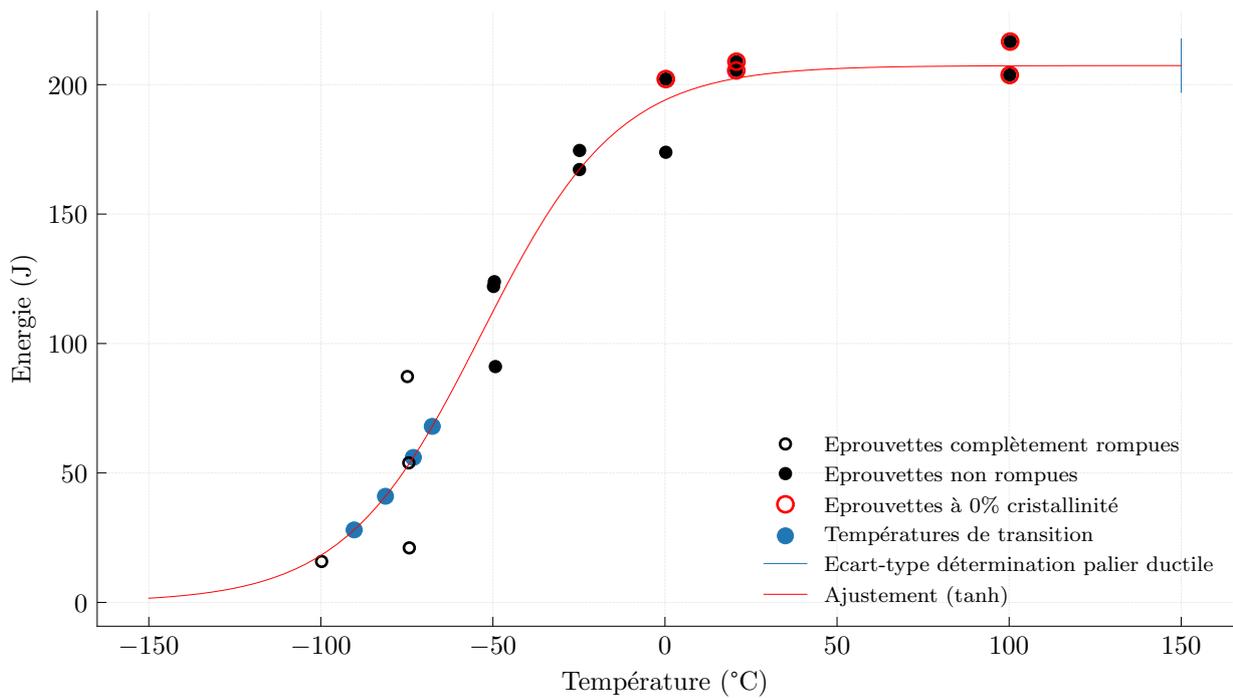


FIGURE A.45 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

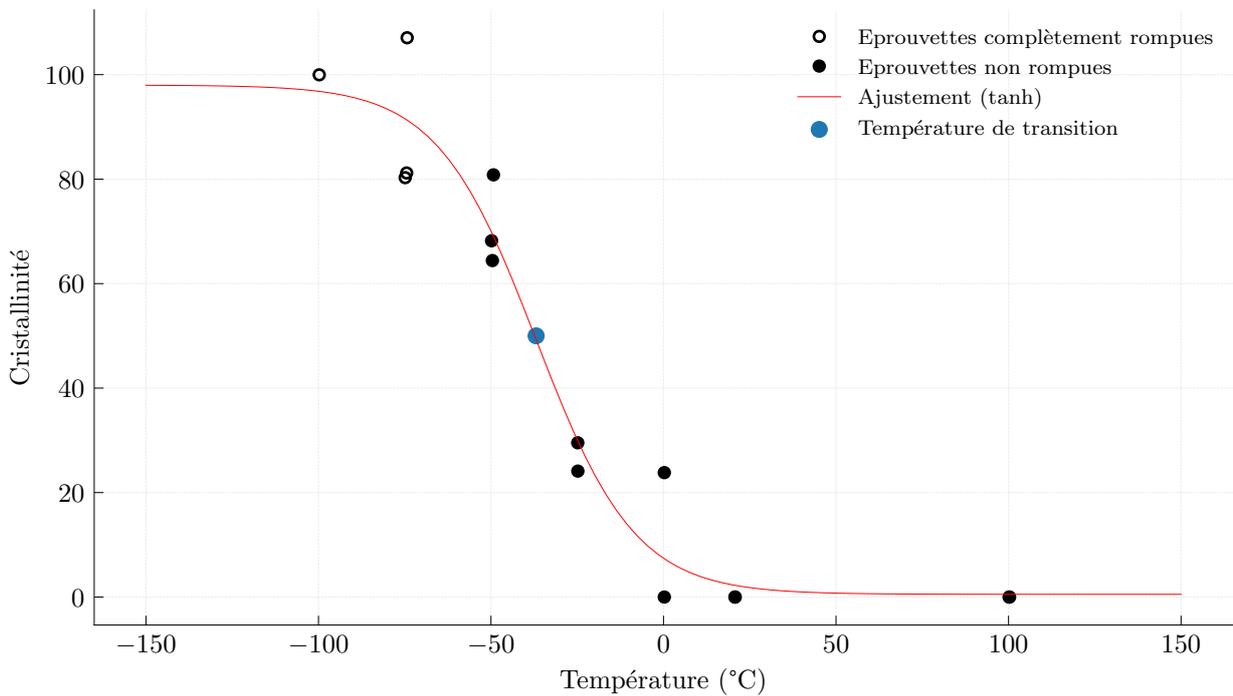


FIGURE A.46 – Courbe de transition ductile en cristallinité fragile du traitement thermique $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

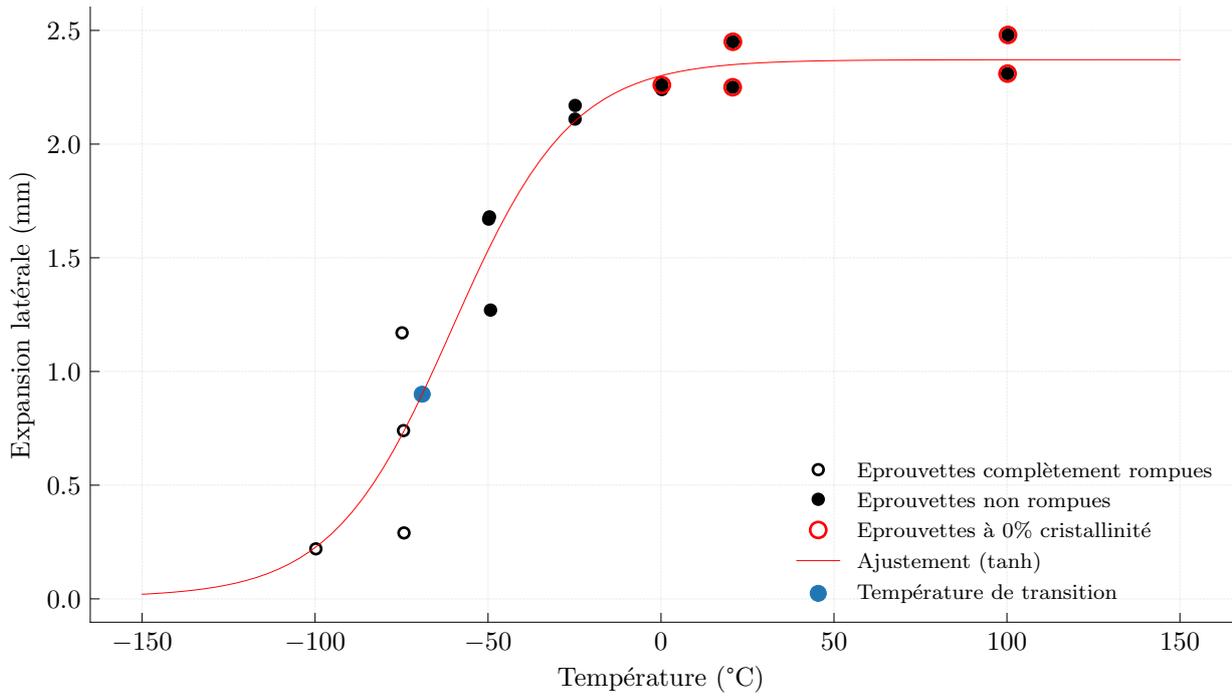


FIGURE A.47 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.25$.

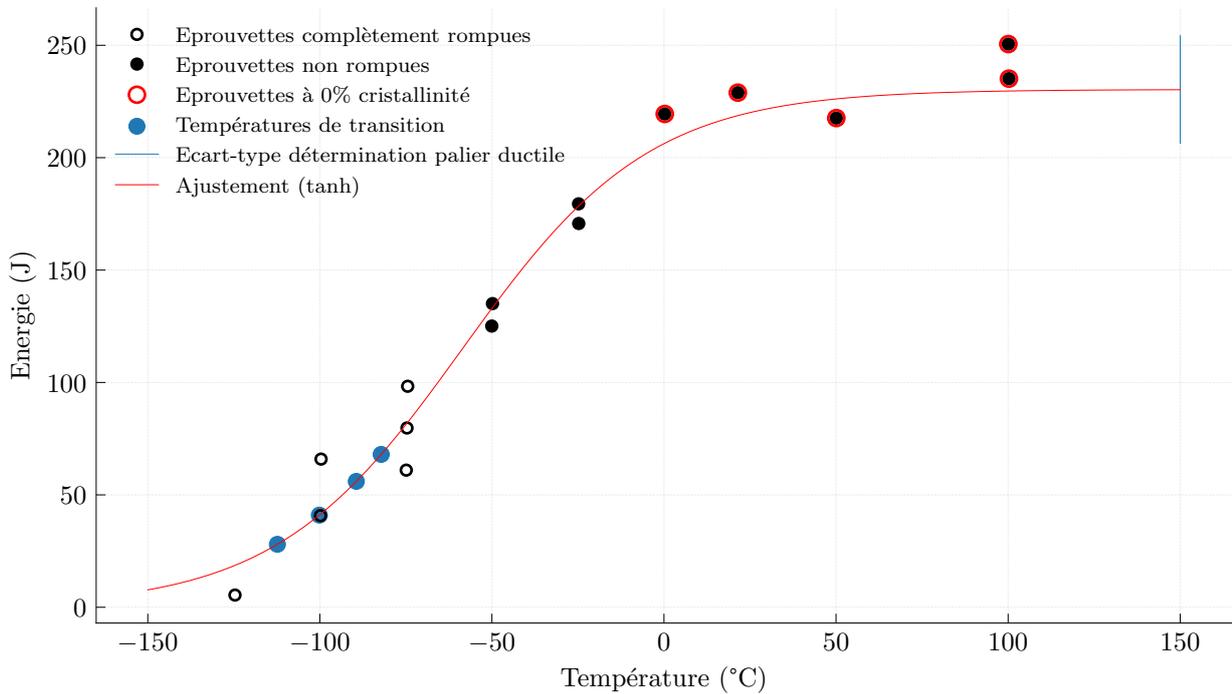


FIGURE A.48 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.90$.

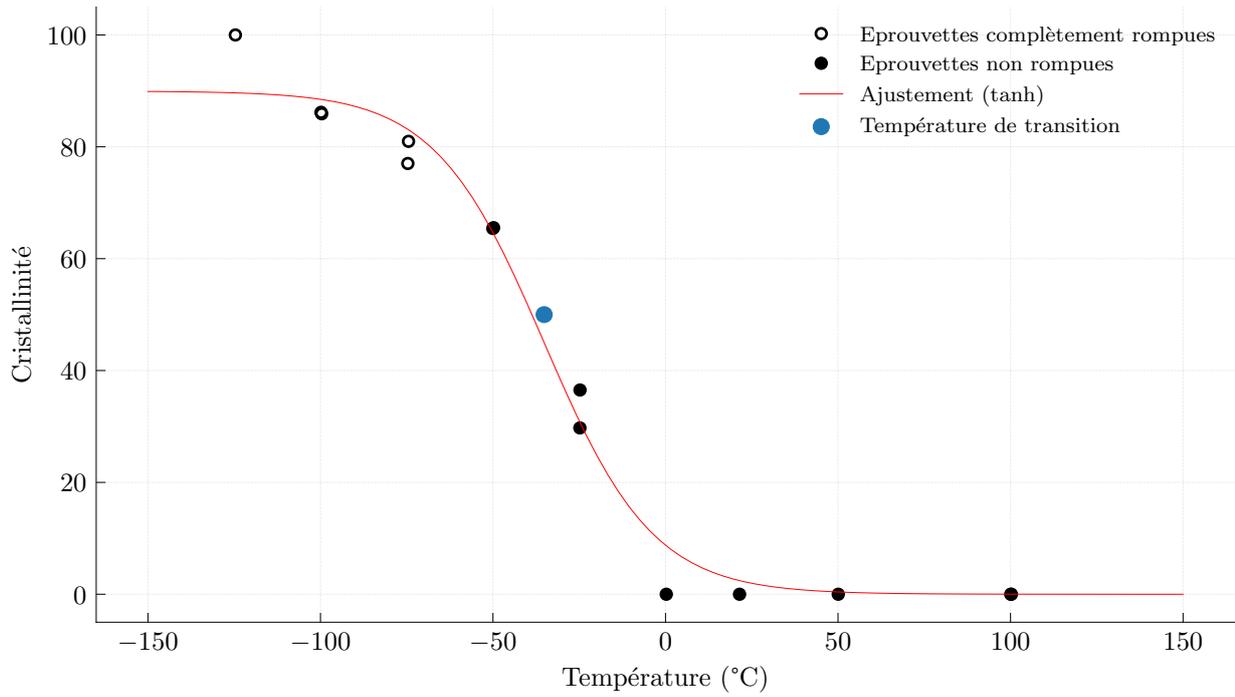


FIGURE A.49 – Courbe de transition ductile en cristallinité fragile du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -6 h, $K = 19.90$.

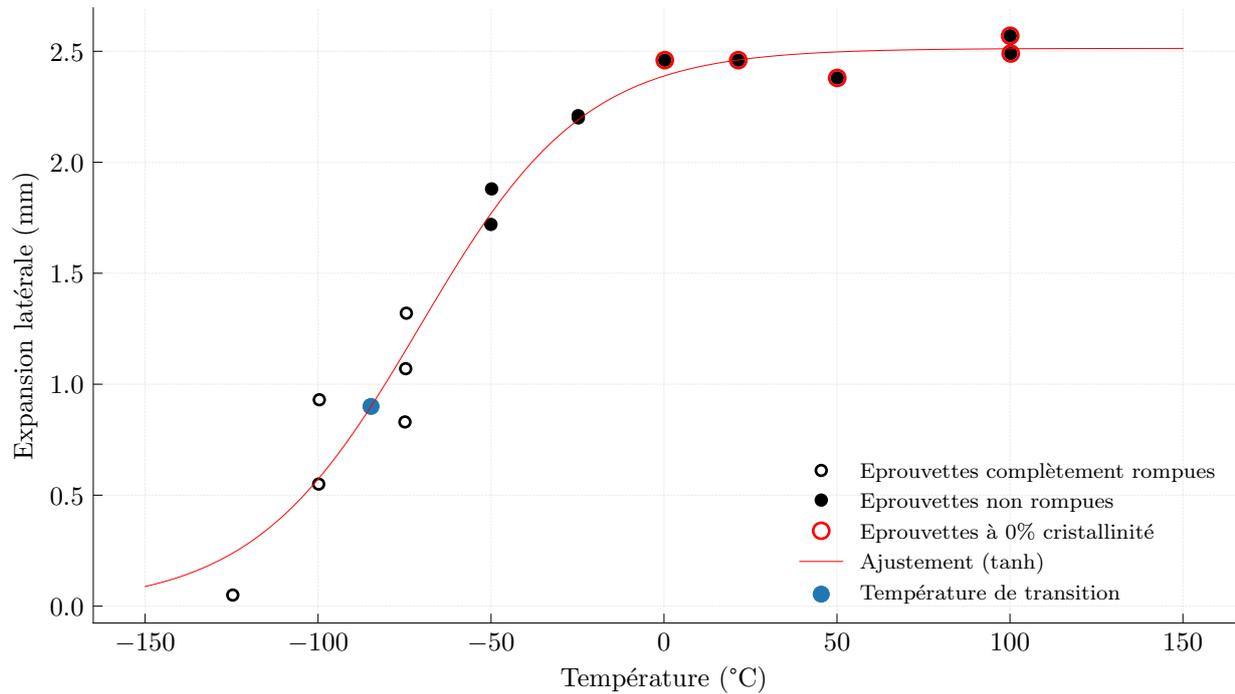


FIGURE A.50 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -6 h, $K = 19.90$.

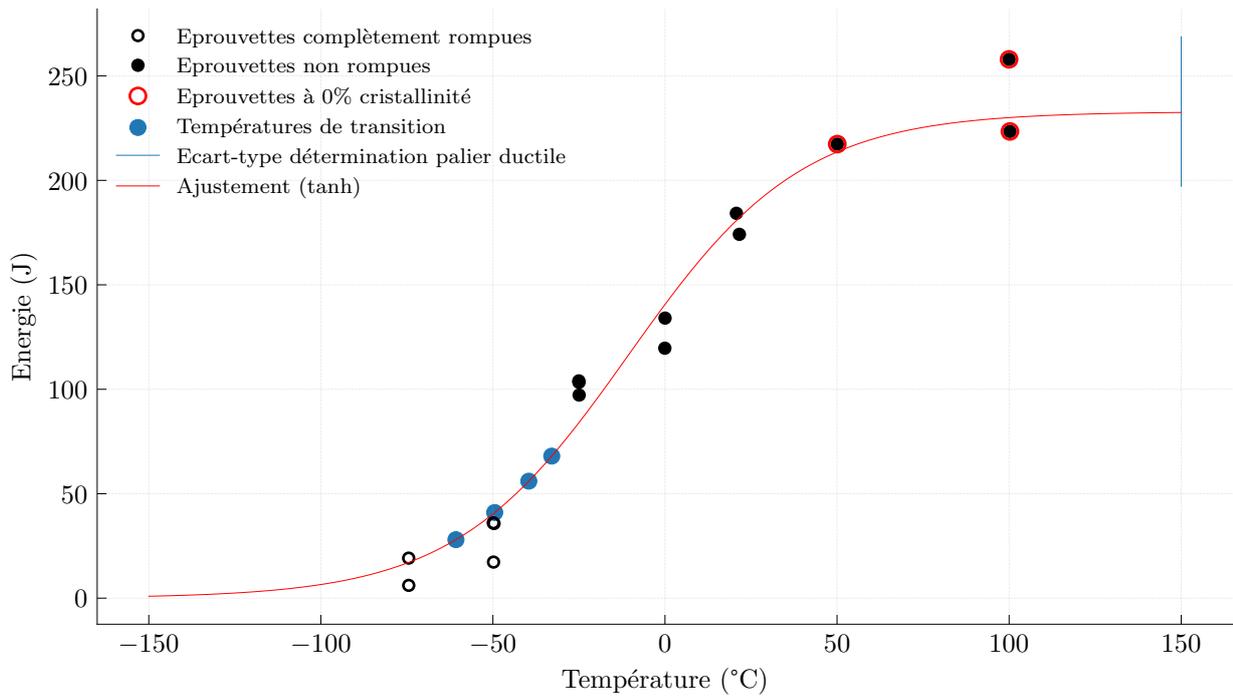


FIGURE A.51 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660°C -6 h, $K = 20.33$.

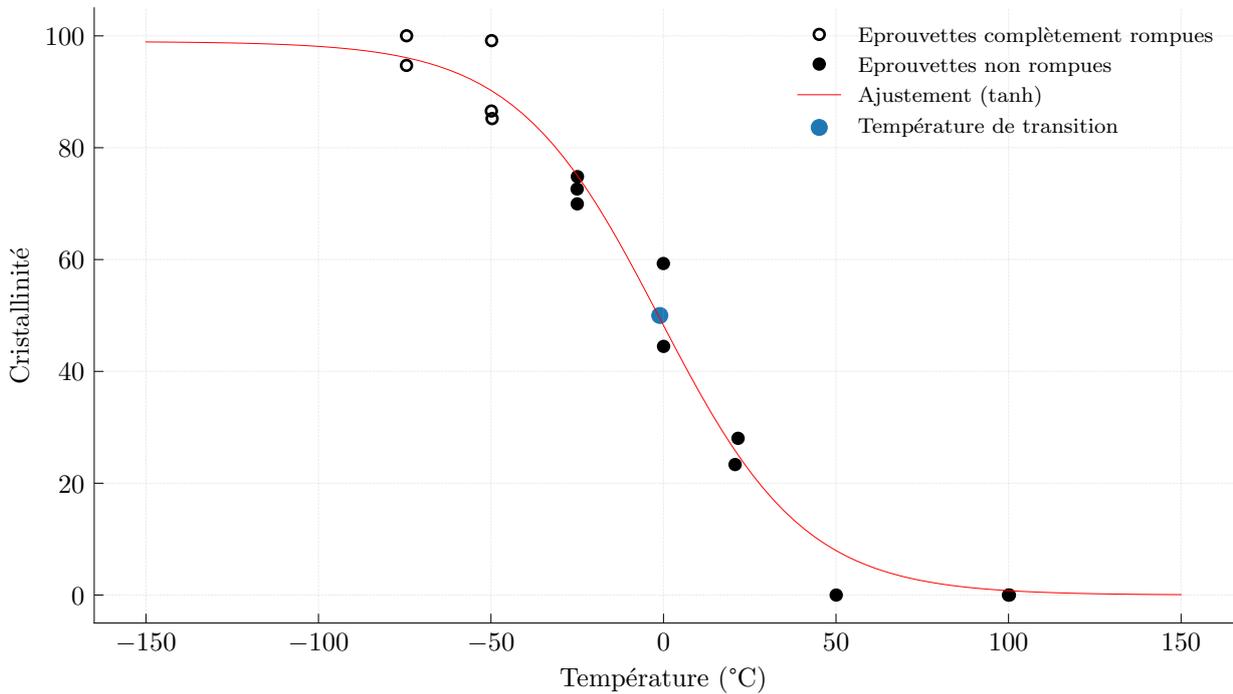


FIGURE A.52 – Courbe de transition ductile en cristallinité fragile du traitement thermique $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660°C -6 h, $K = 20.33$.

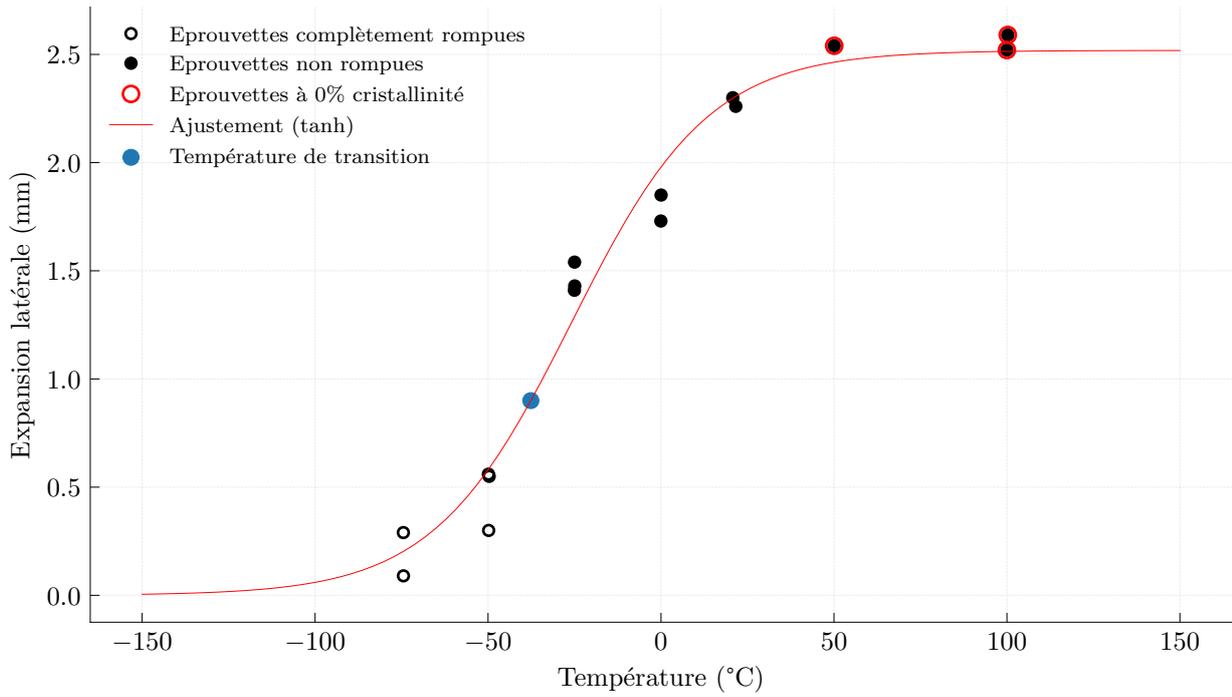


FIGURE A.53 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660 °C –6 h, $K = 20.33$.

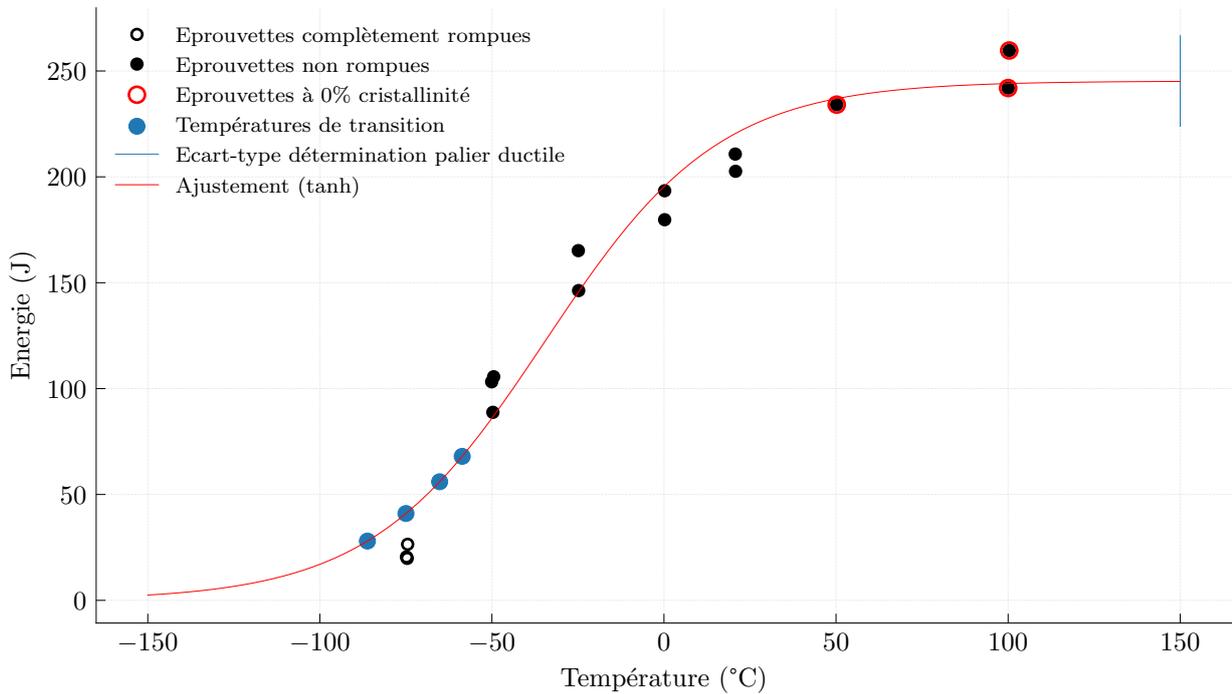


FIGURE A.54 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C –20 h, $K = 21.00$.

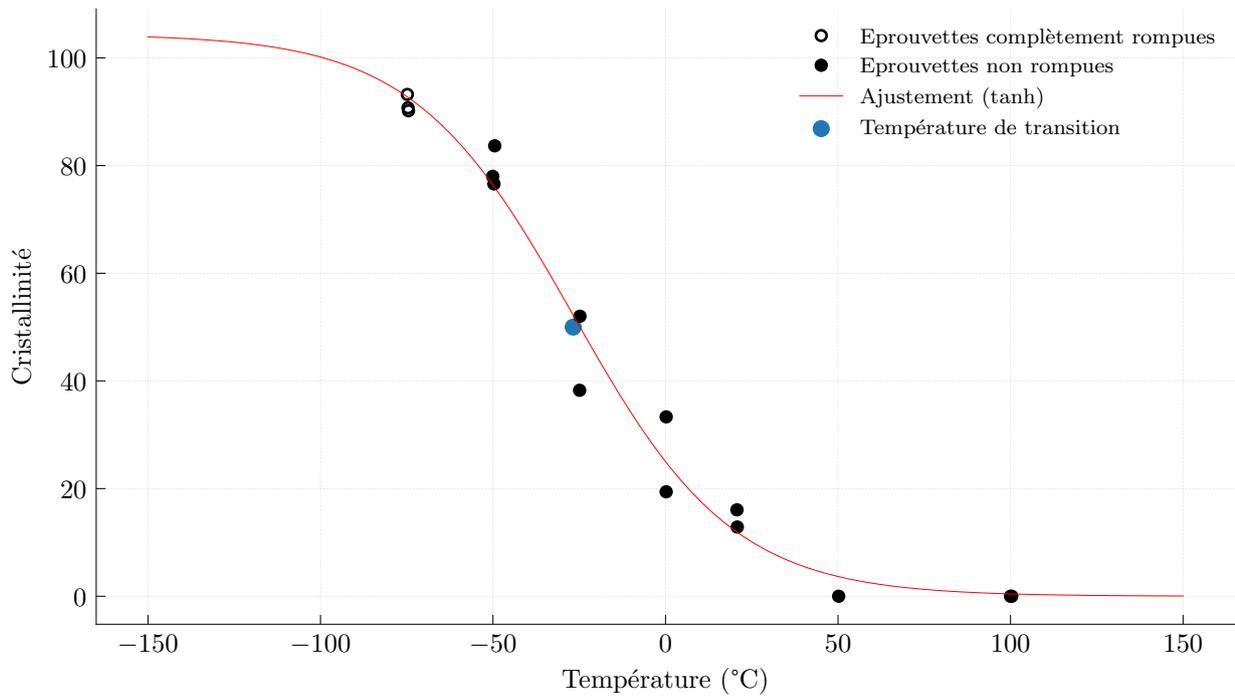


FIGURE A.55 – Courbe de transition ductile en cristallinité fragile du traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

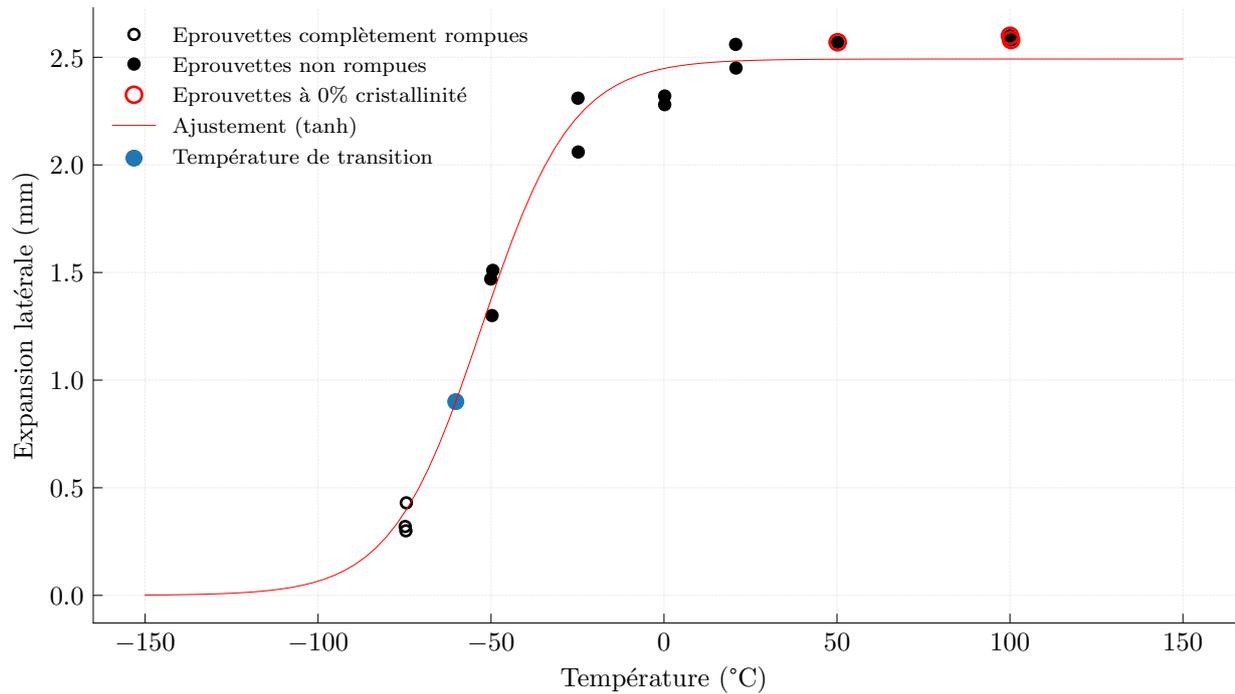


FIGURE A.56 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

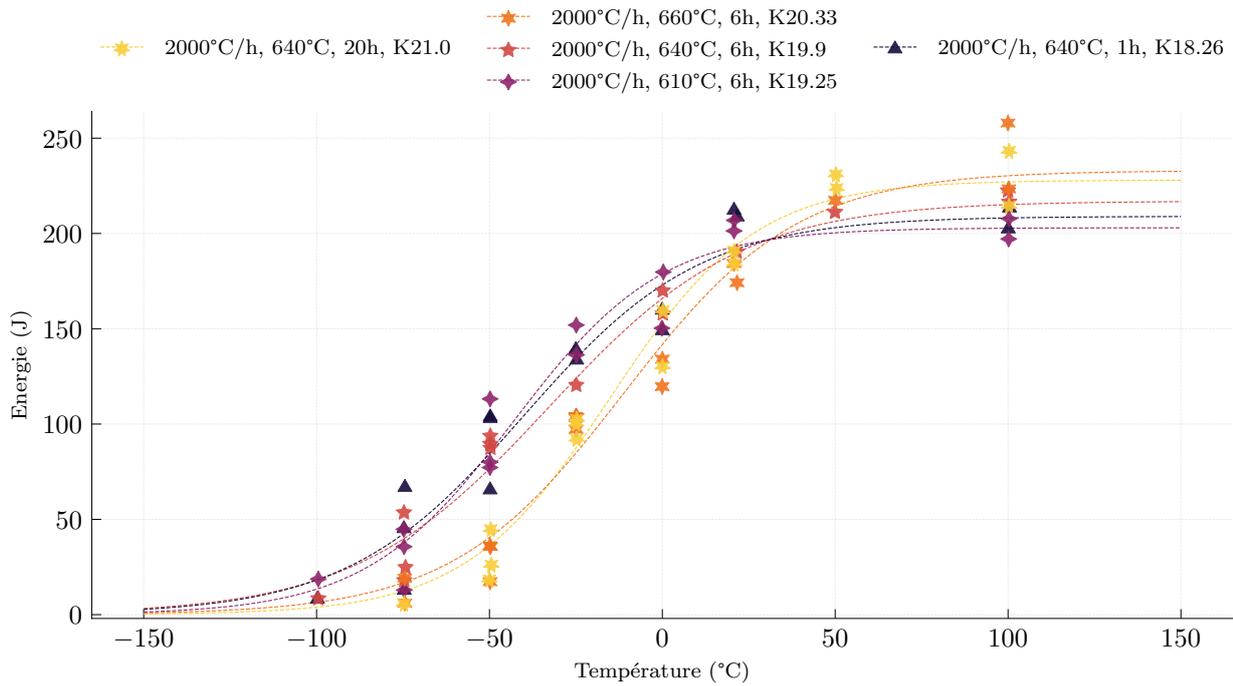
1.1.2 Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ 

FIGURE A.57 – Comparaison des transitions ductile-fragile après un refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$.

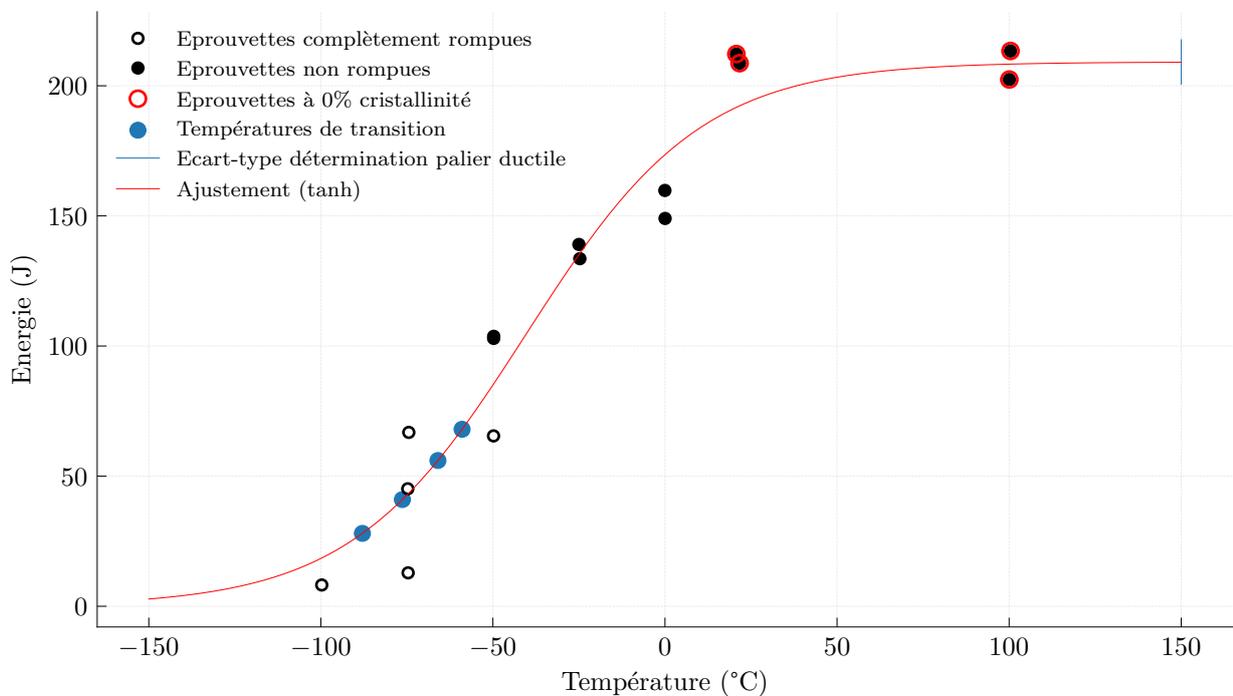


FIGURE A.58 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

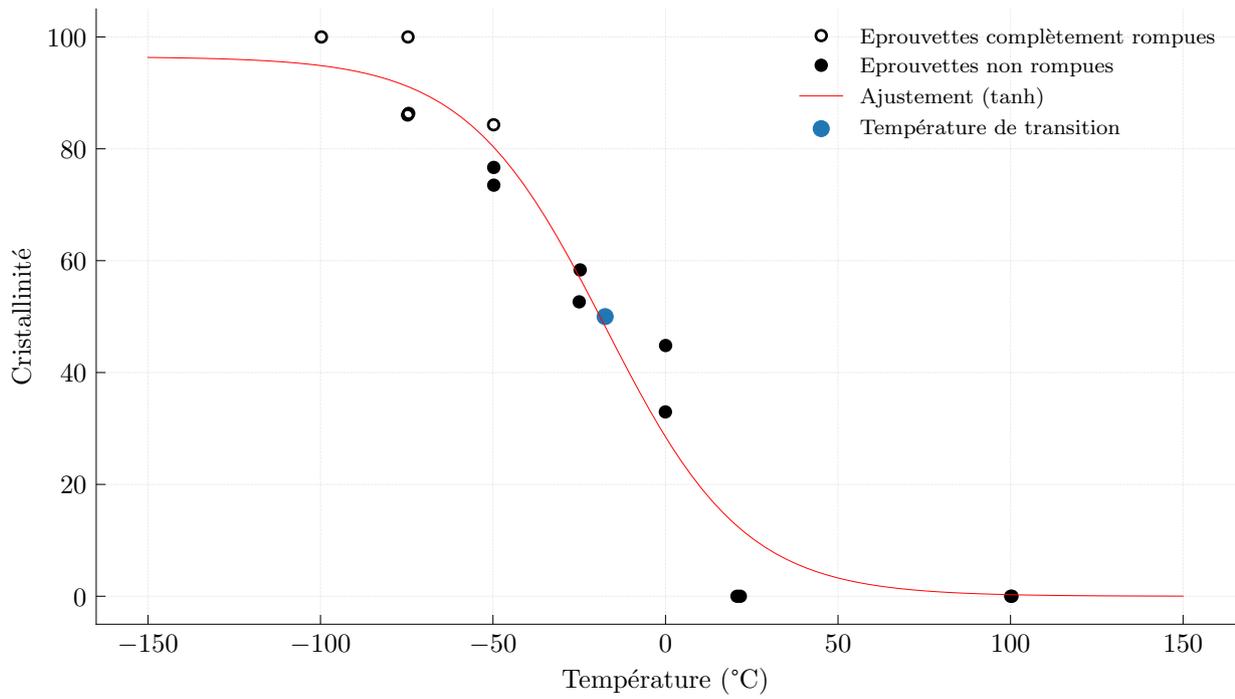


FIGURE A.59 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

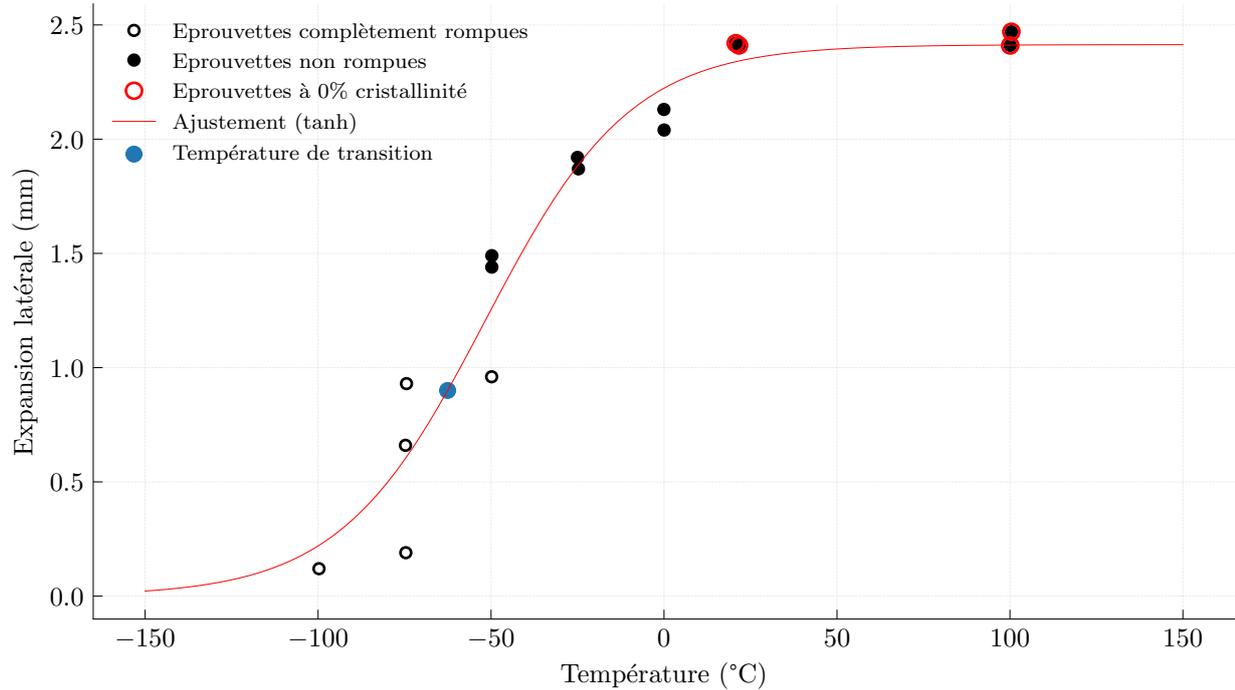


FIGURE A.60 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -1 h, $K = 18.26$.

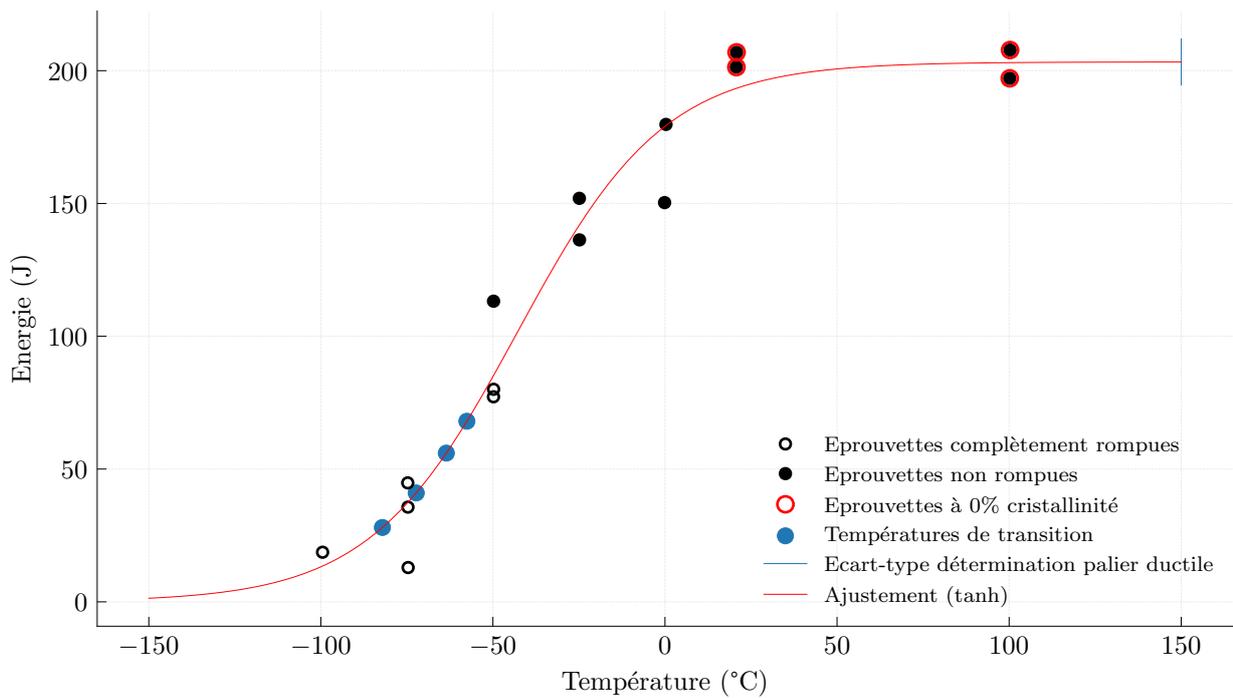


FIGURE A.61 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

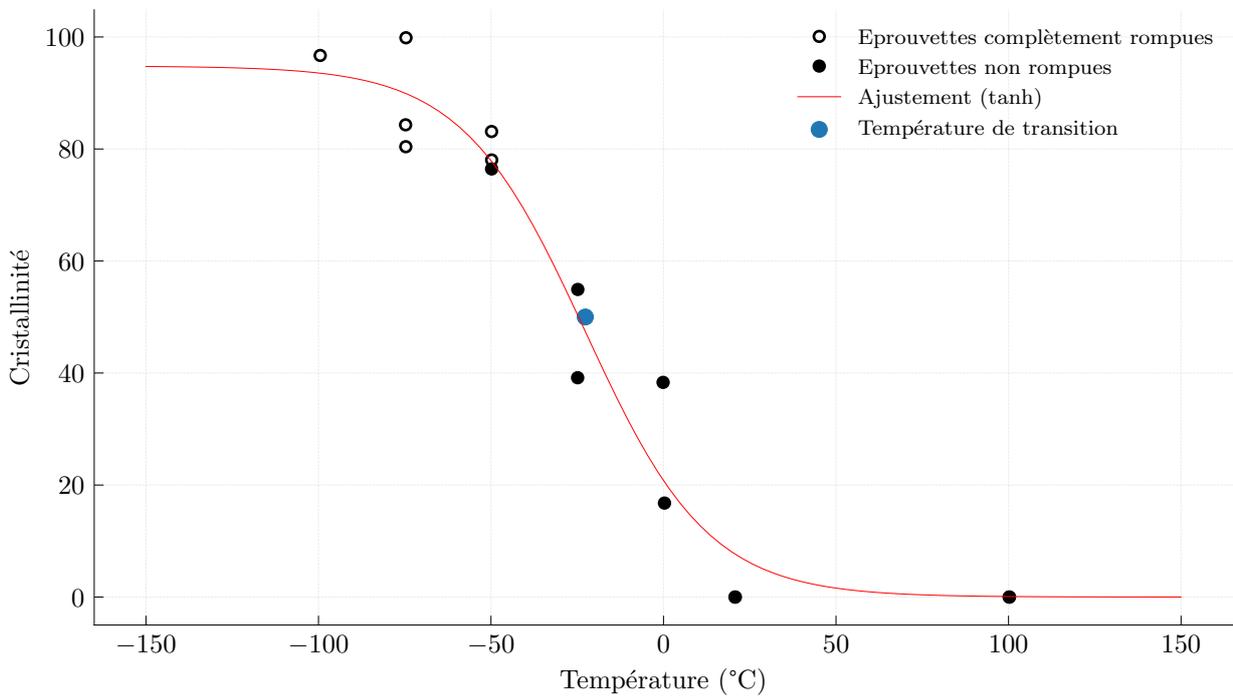


FIGURE A.62 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

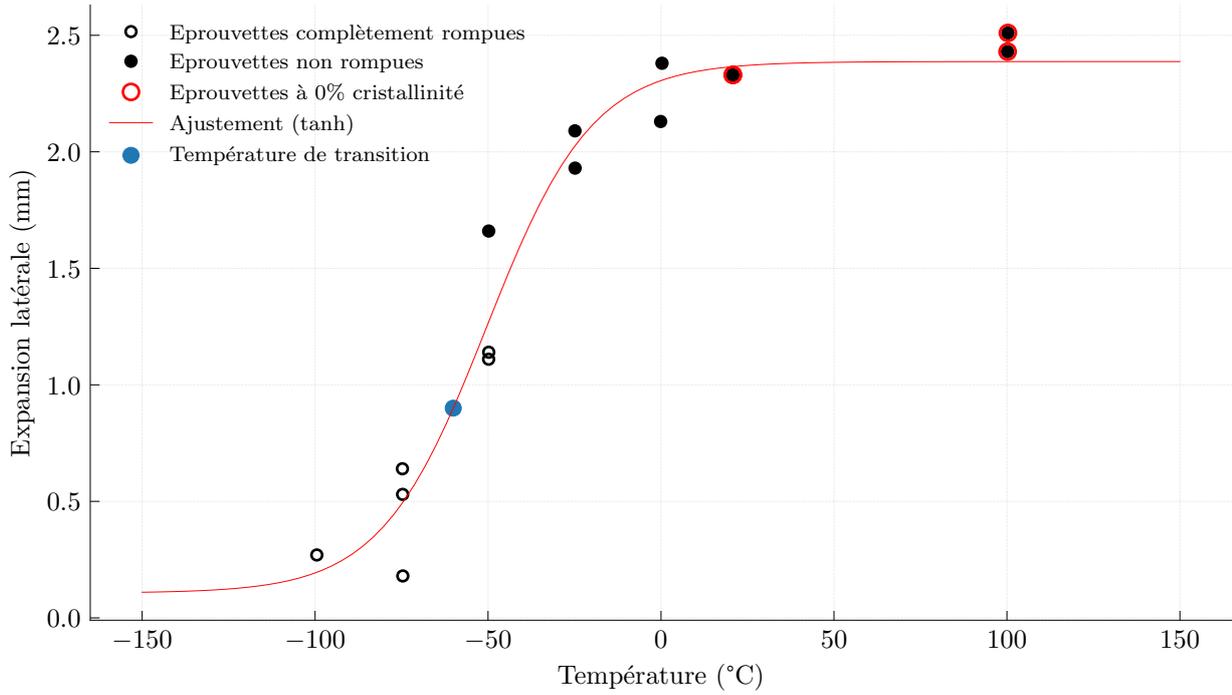


FIGURE A.63 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ -610 °C-6 h, $K = 19.25$.

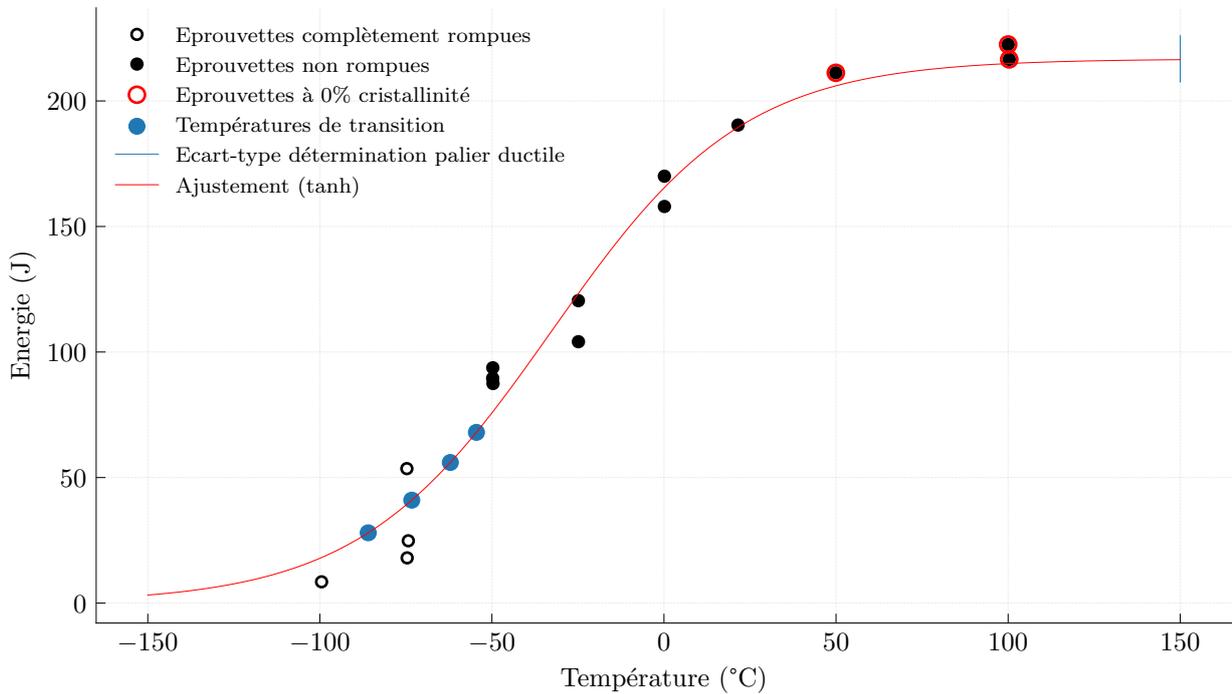


FIGURE A.64 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ -640 °C-6 h, $K = 19.90$.

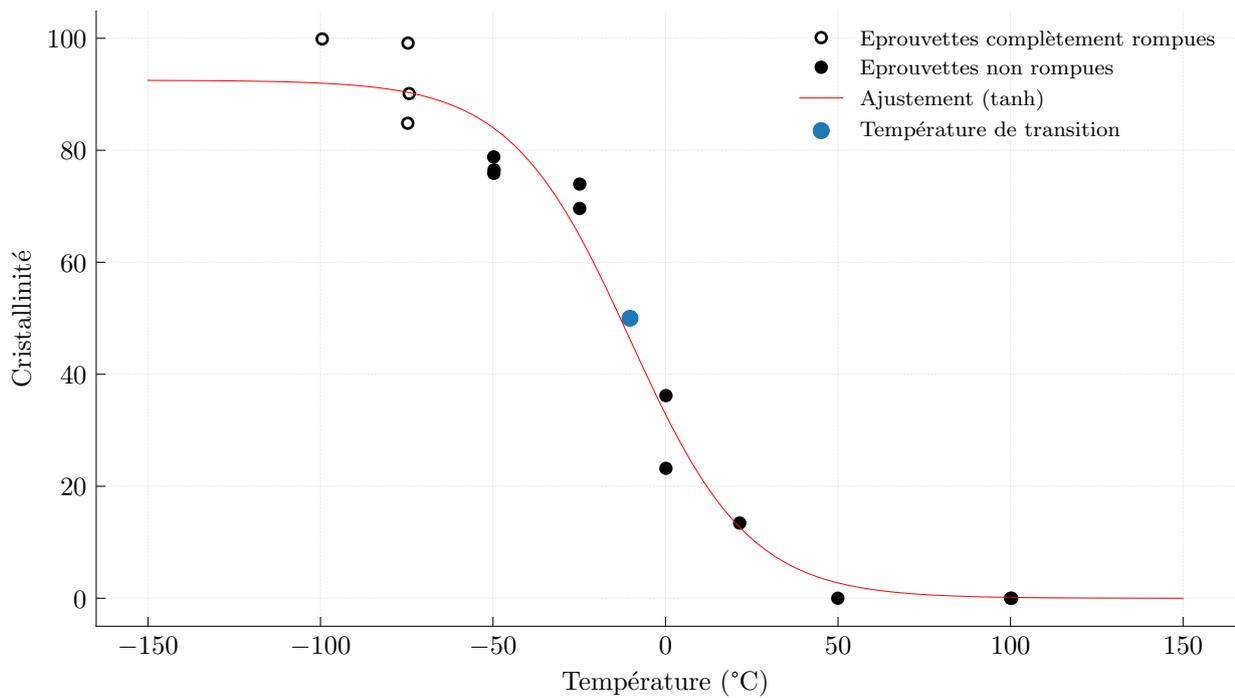


FIGURE A.65 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 6 h , $K = 19.90$.

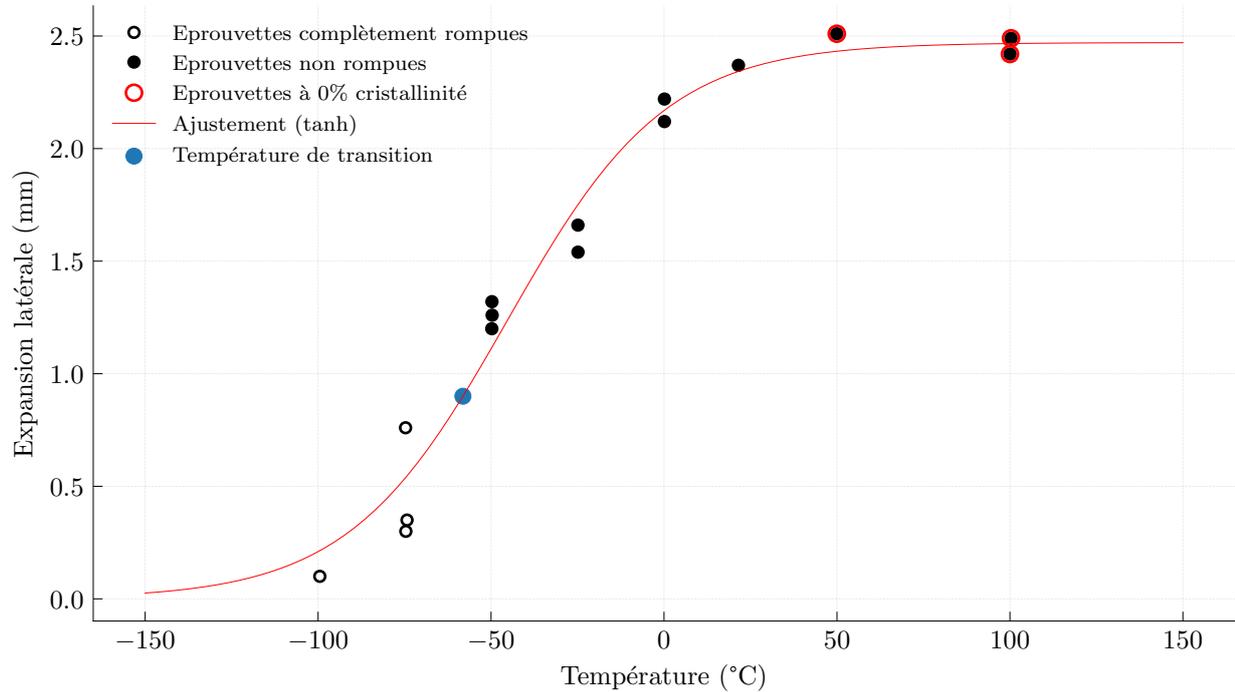


FIGURE A.66 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 6 h , $K = 19.90$.

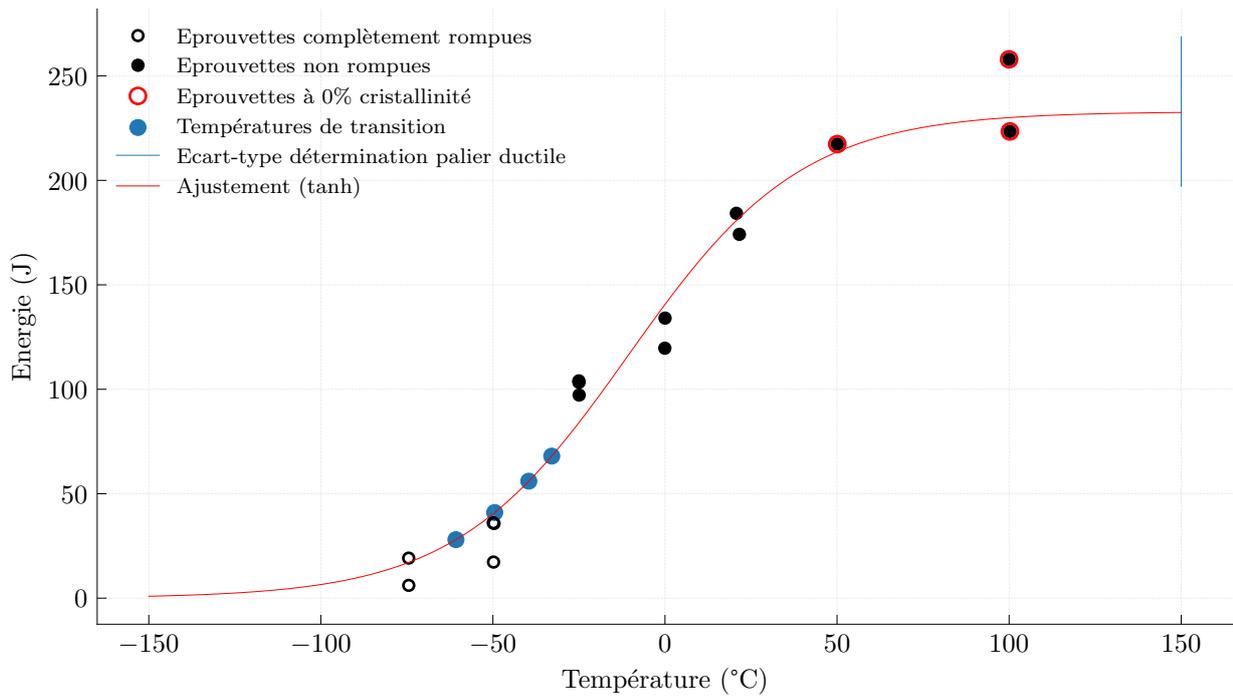


FIGURE A.67 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660°C -6 h, $K = 20.33$.

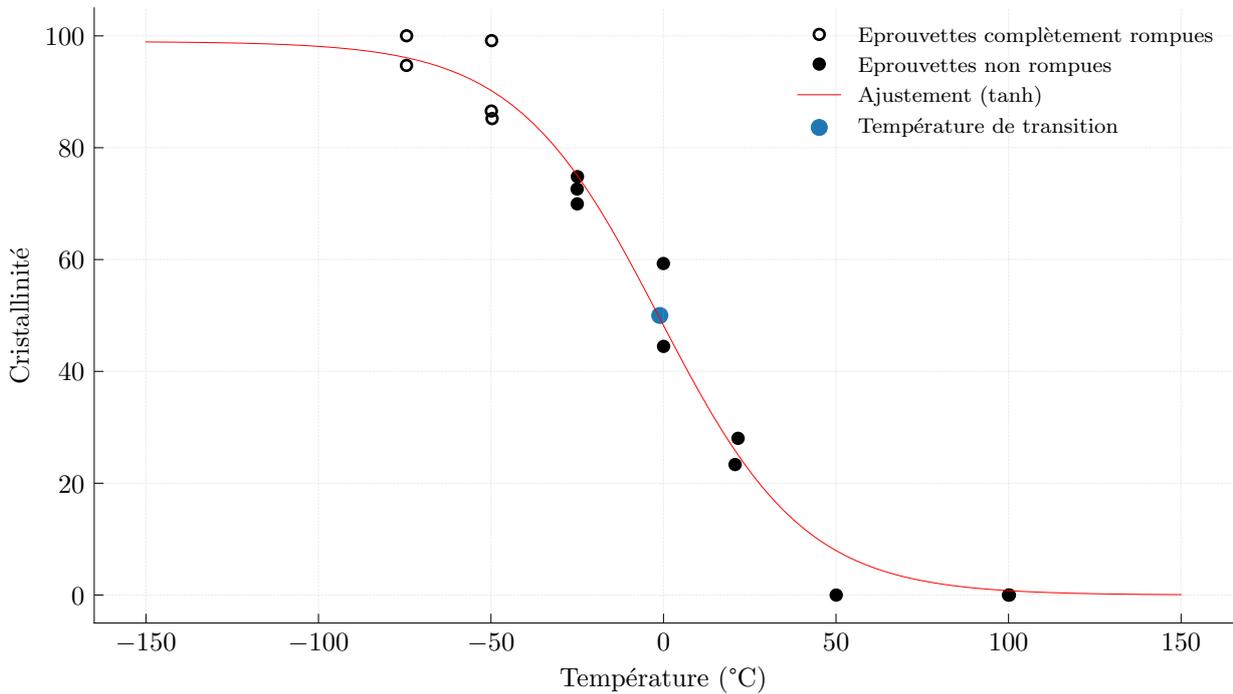


FIGURE A.68 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660°C -6 h, $K = 20.33$.

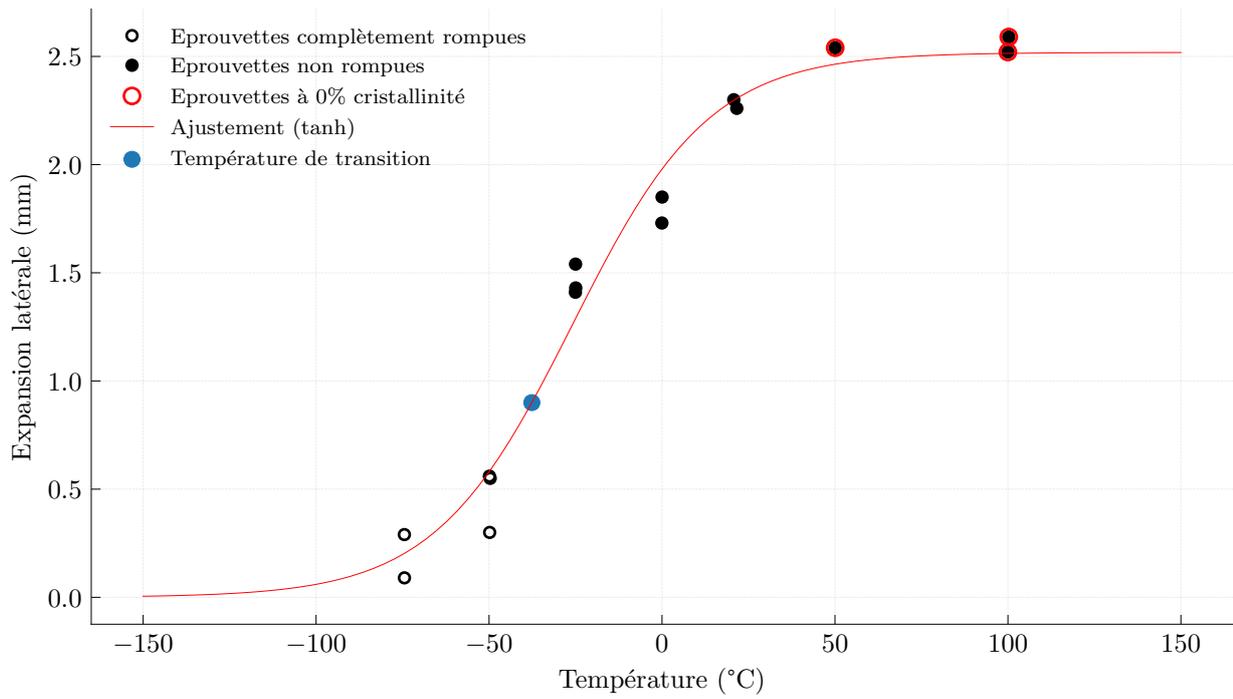


FIGURE A.69 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ -6 h, $K = 20.33$.

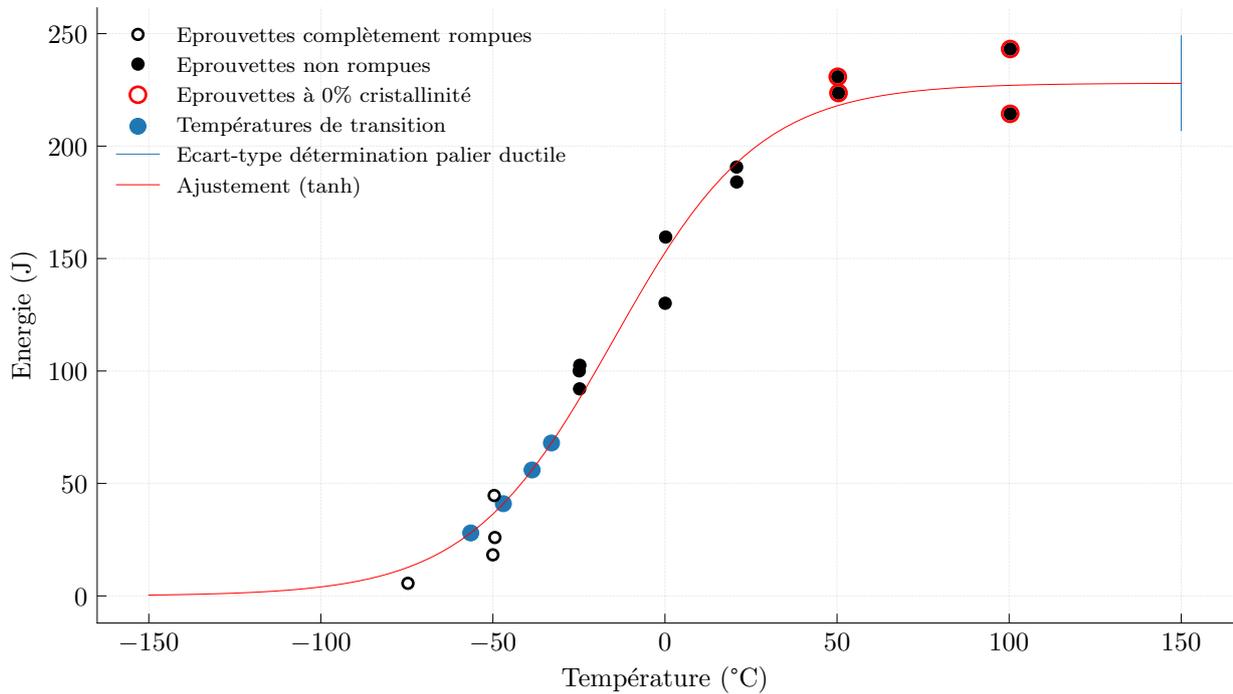


FIGURE A.70 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -20 h, $K = 21.00$.

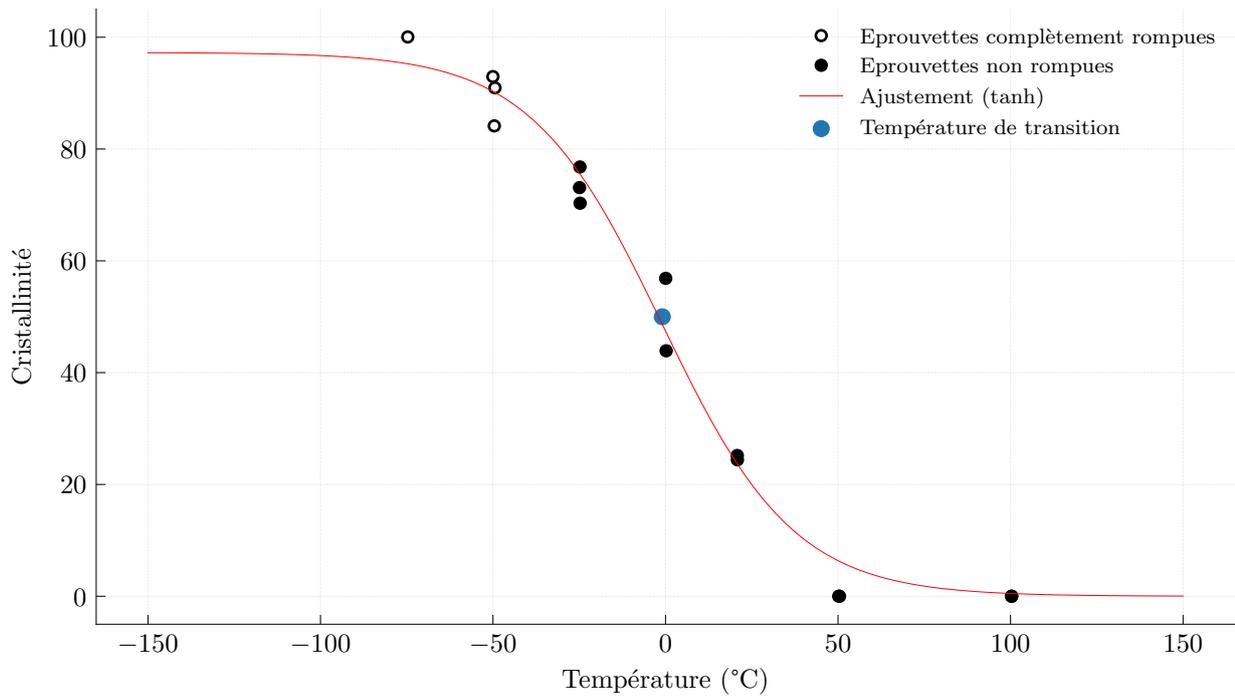


FIGURE A.71 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -20 h, $K = 21.00$.

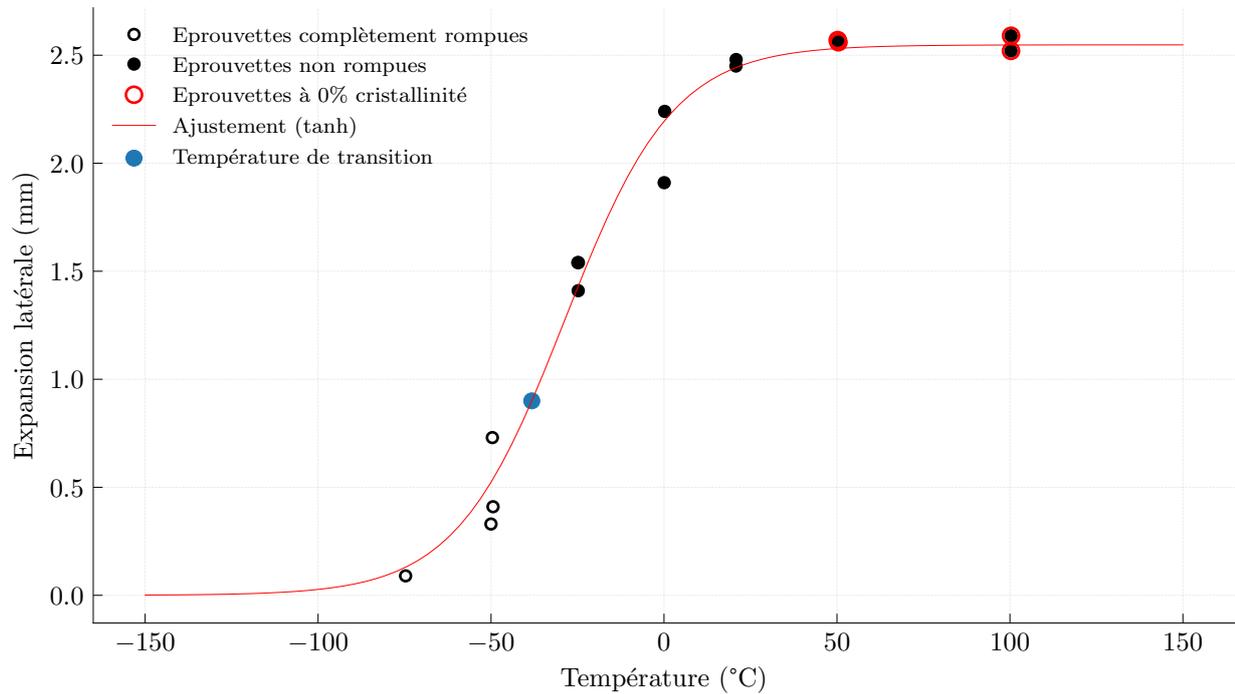


FIGURE A.72 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -20 h, $K = 21.00$.

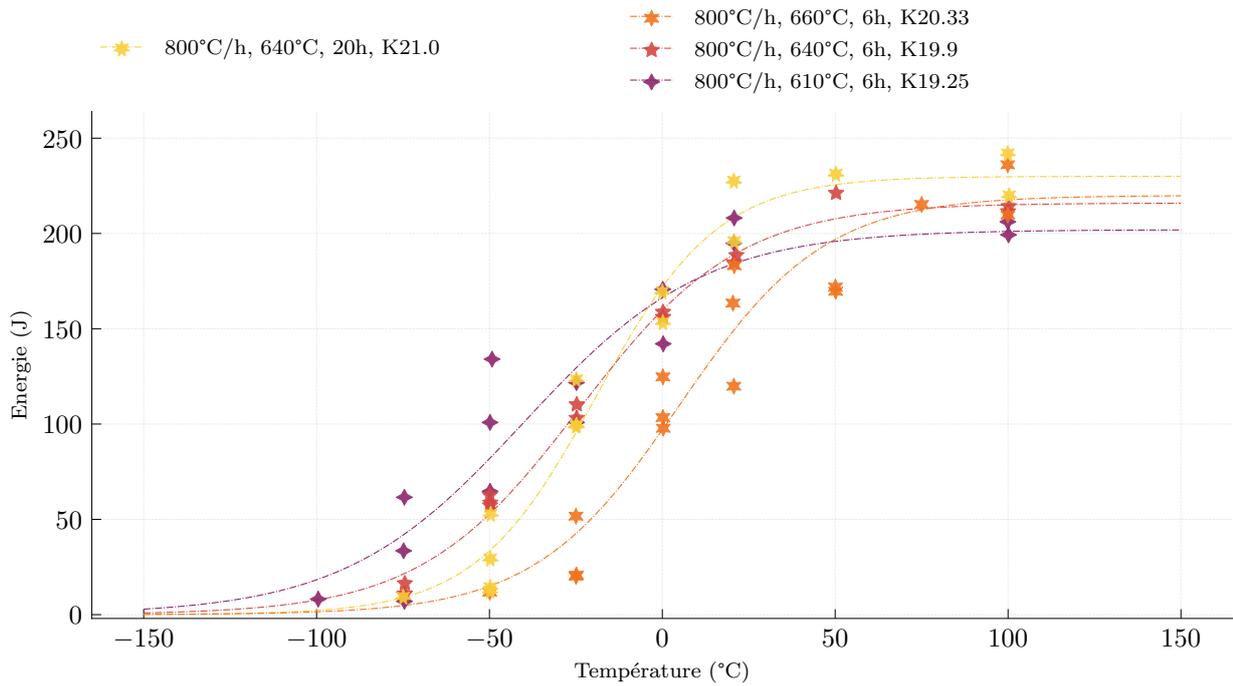
1.1.3 Refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ 

FIGURE A.73 – Comparaison des transitions ductile-fragile après un refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$.

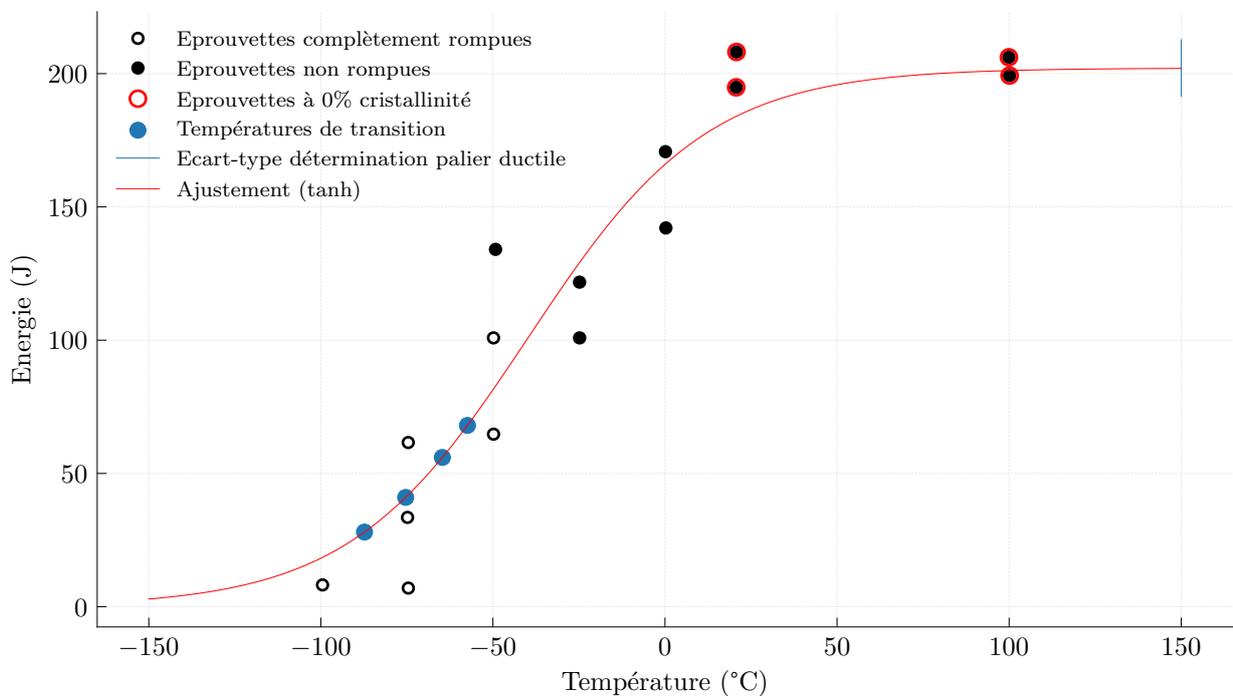


FIGURE A.74 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.25$.

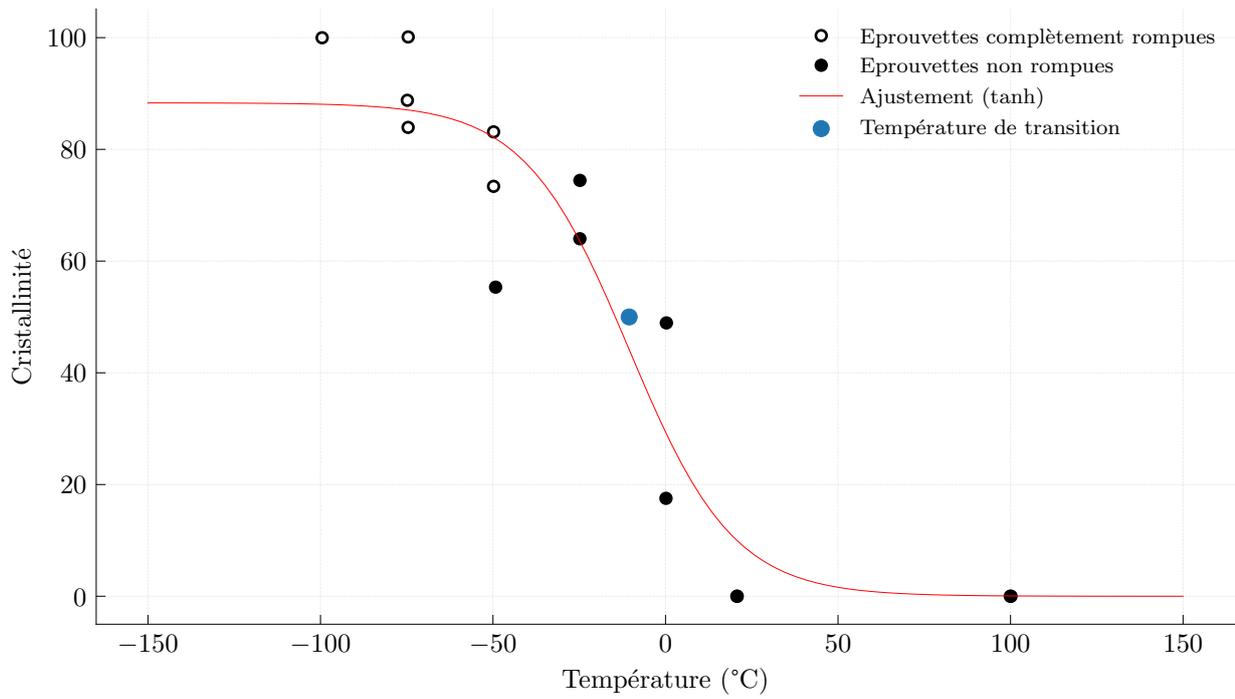


FIGURE A.75 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

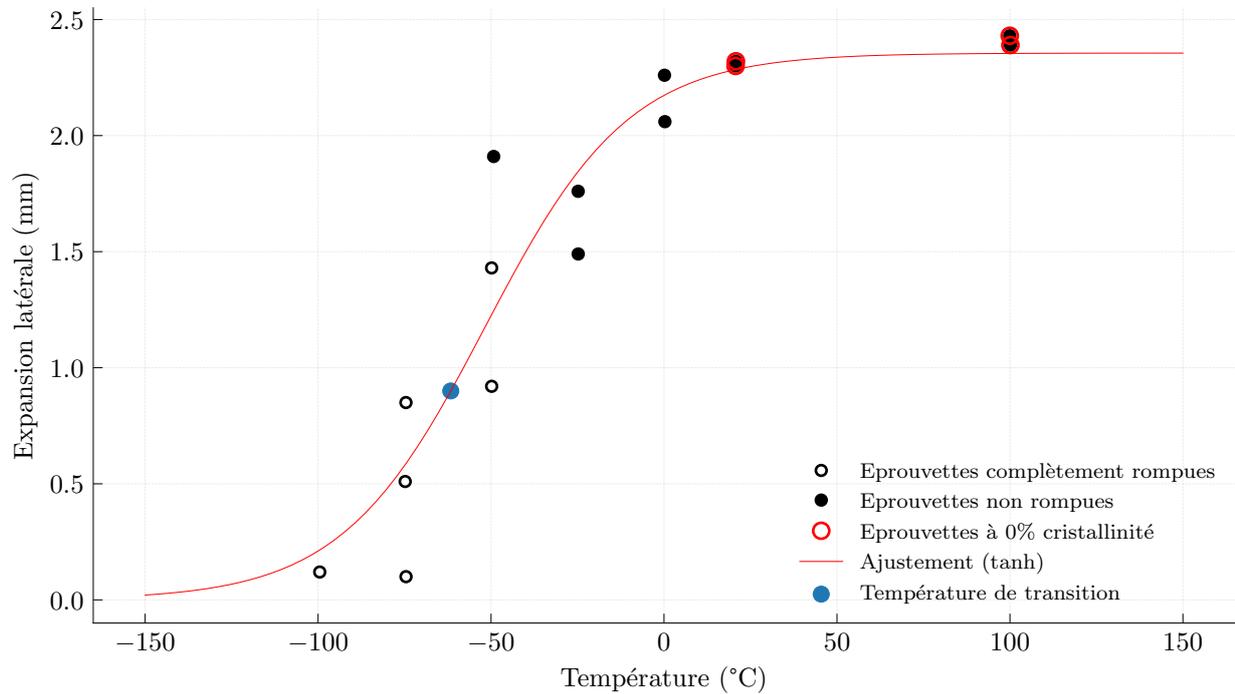


FIGURE A.76 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

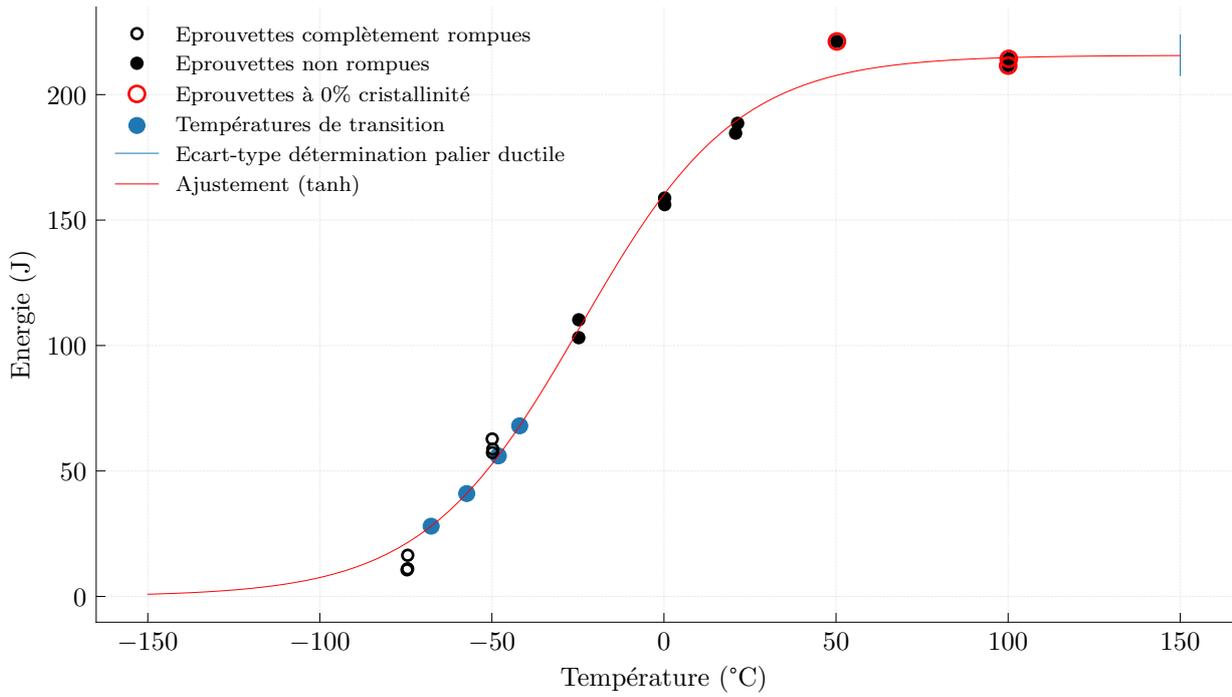


FIGURE A.77 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –6 h, $K = 19.90$.

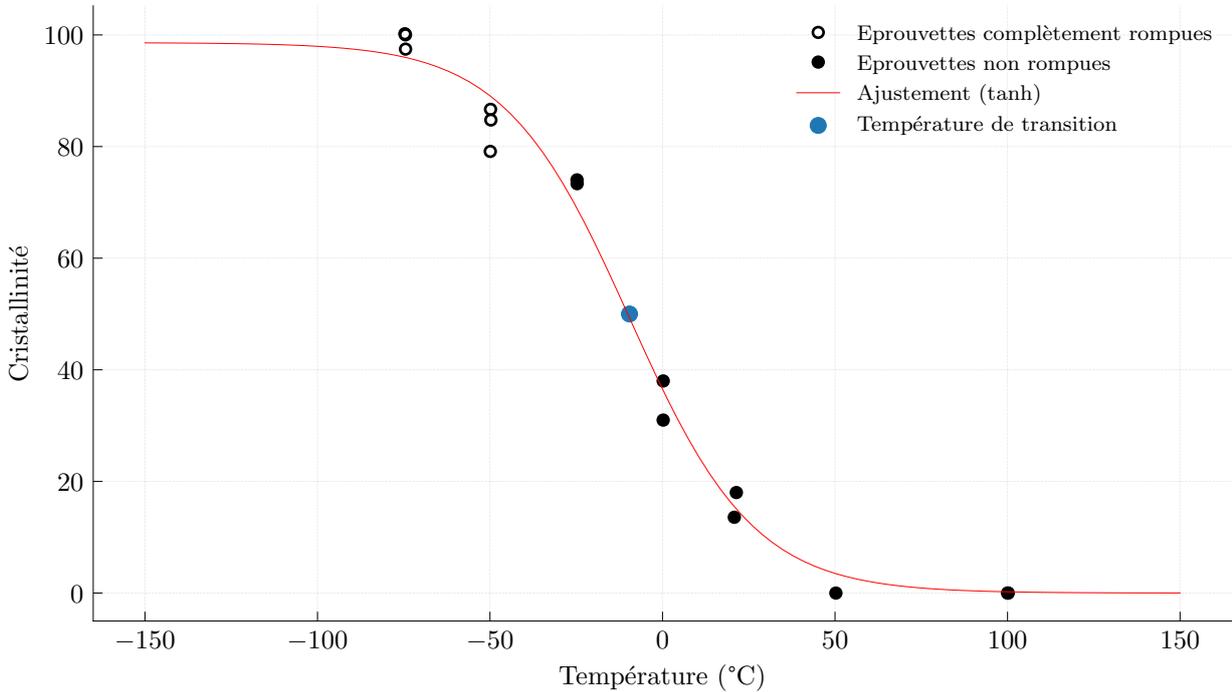


FIGURE A.78 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –6 h, $K = 19.90$.

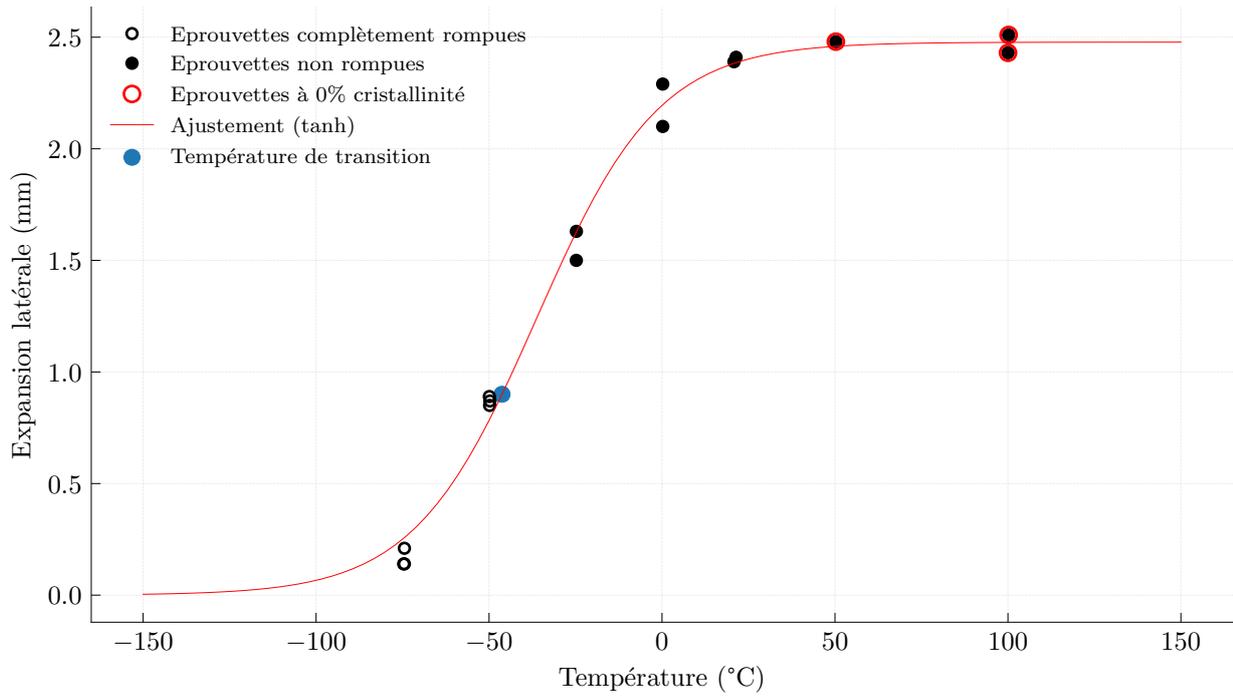


FIGURE A.79 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 6 h , $K = 19.90$.

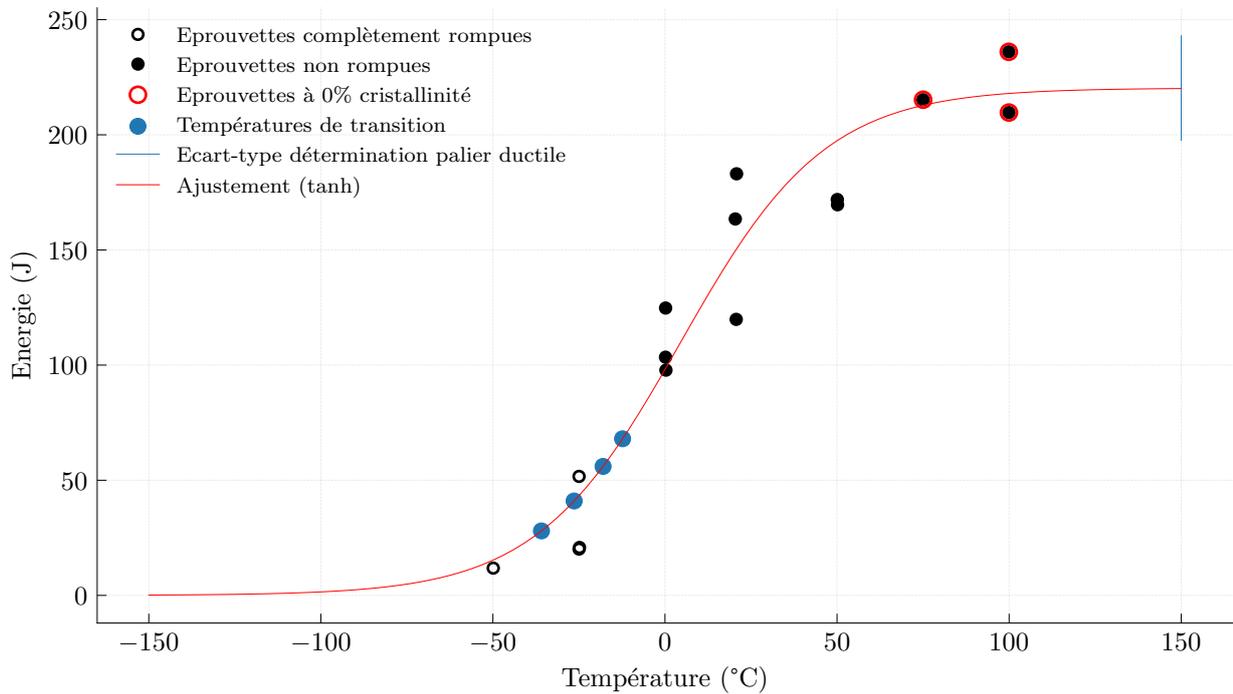


FIGURE A.80 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660 °C – 6 h , $K = 20.33$.

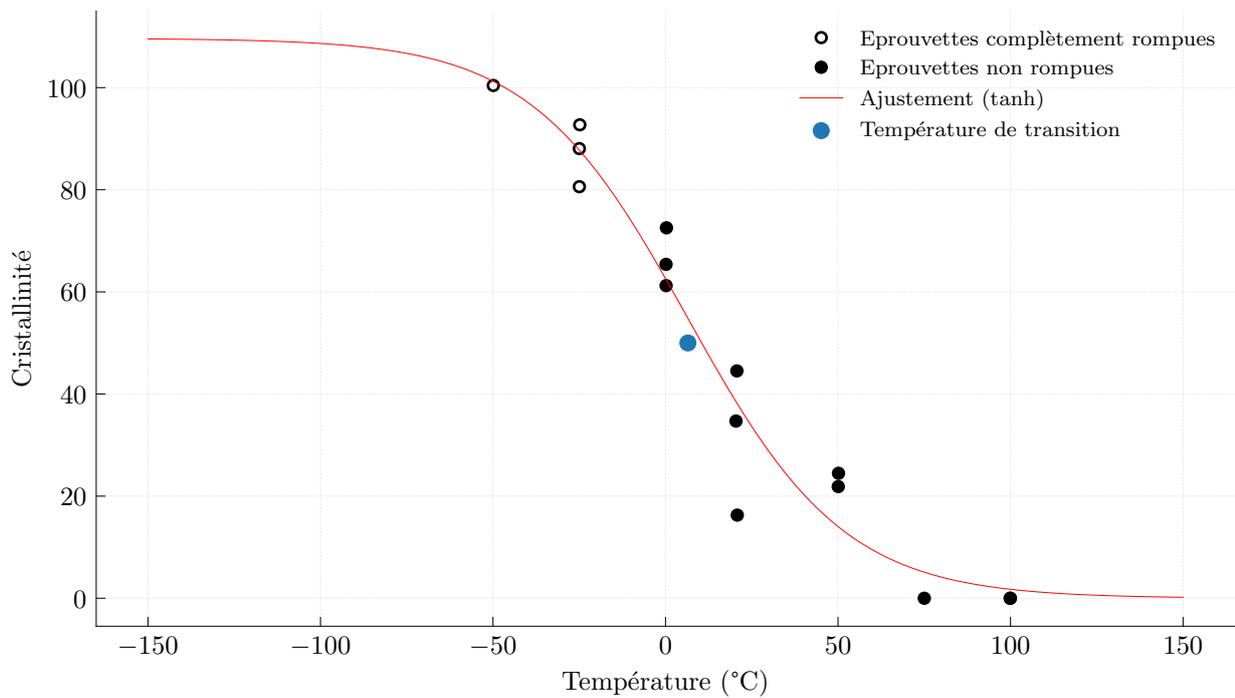


FIGURE A.81 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C –6 h, $K = 20.33$.

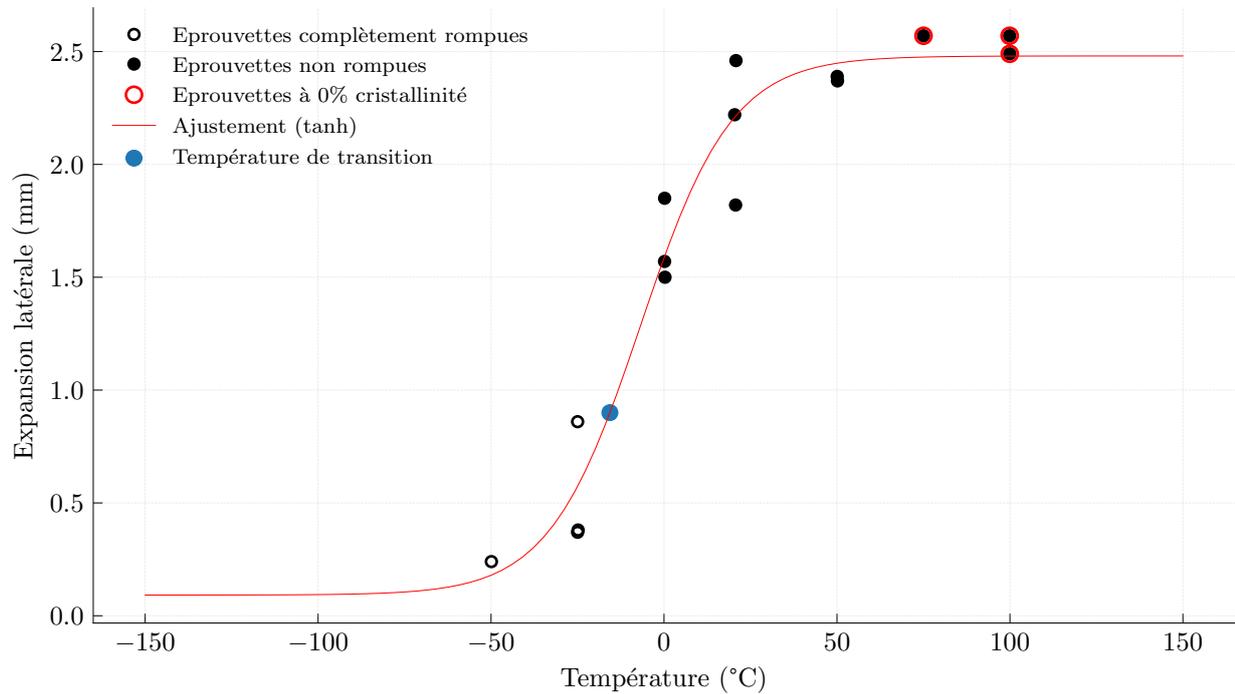


FIGURE A.82 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C –6 h, $K = 20.33$.

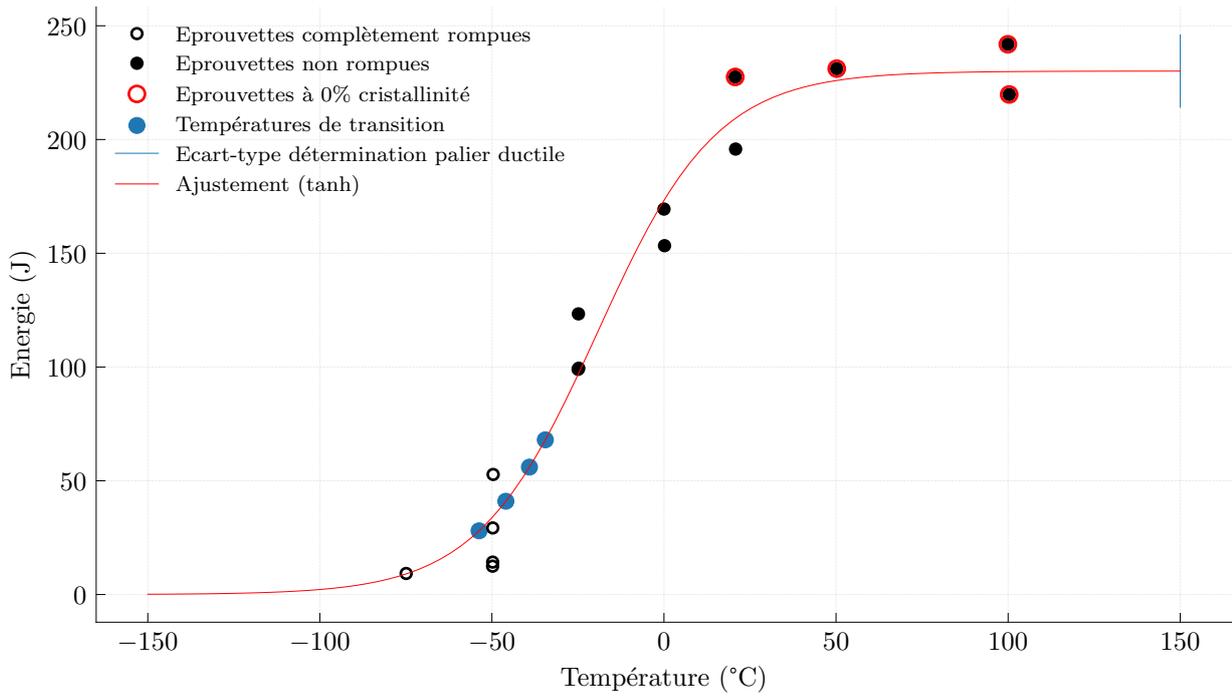


FIGURE A.83 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –20 h, $K = 21.00$.

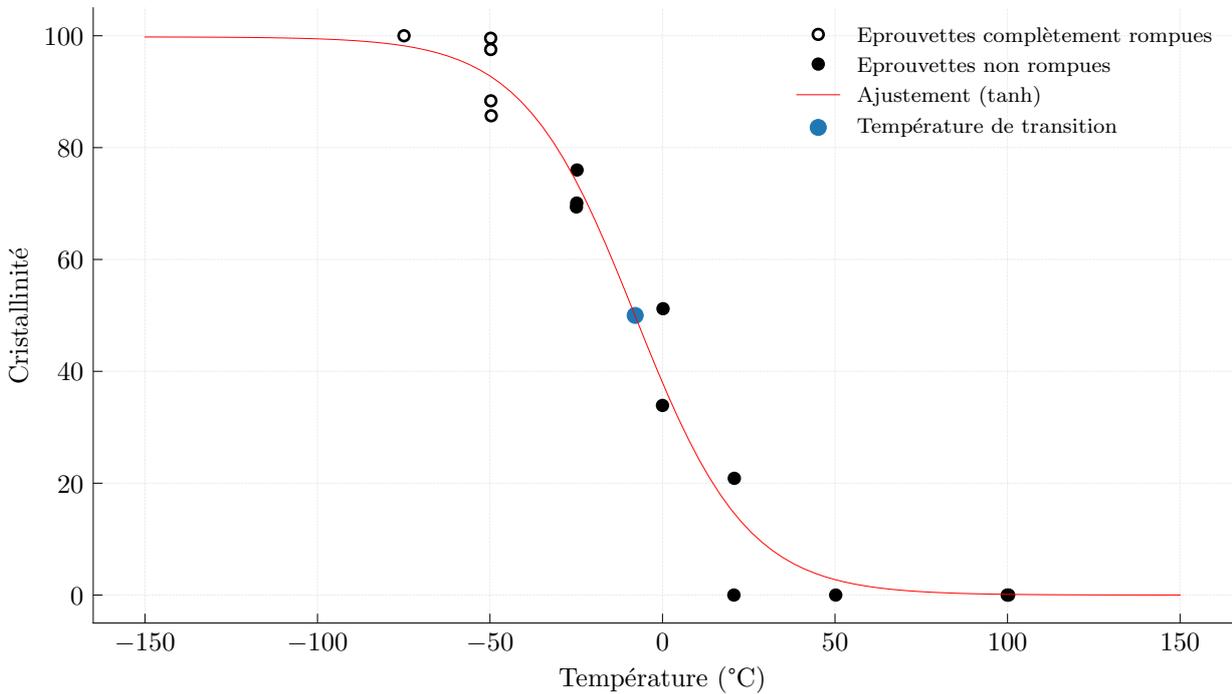


FIGURE A.84 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –20 h, $K = 21.00$.

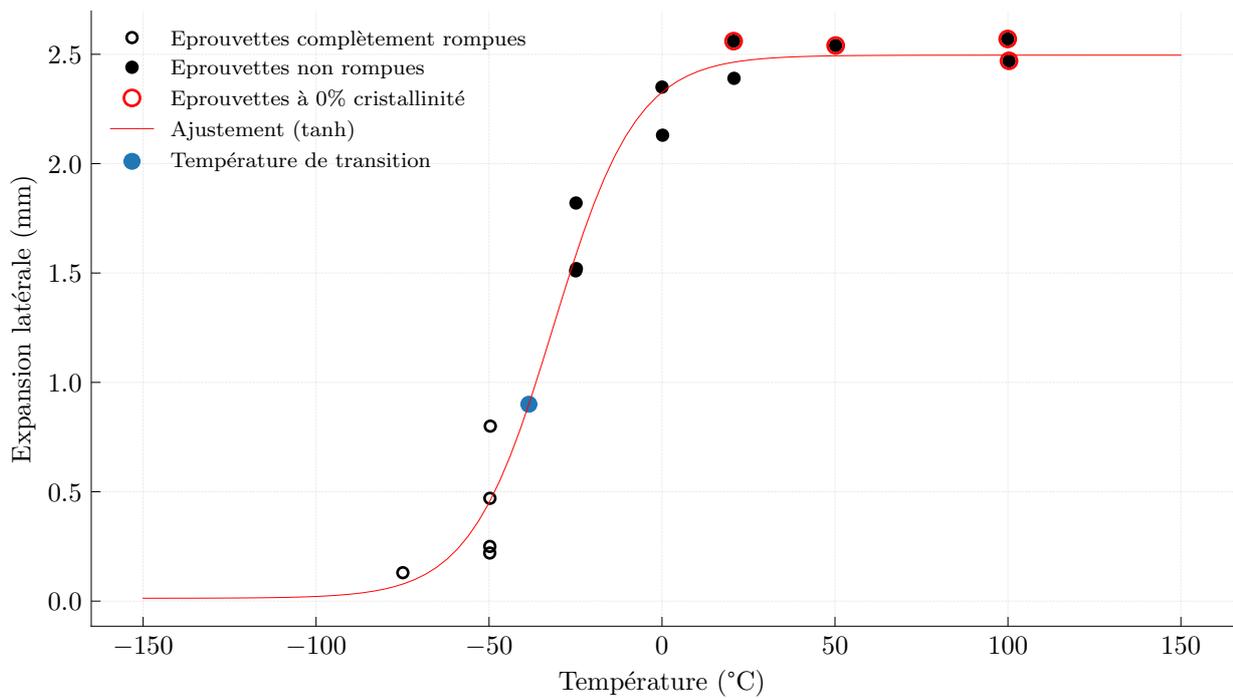


FIGURE A.85 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 20 h , $K = 21.00$.

1.1.4 Refroidissement à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$

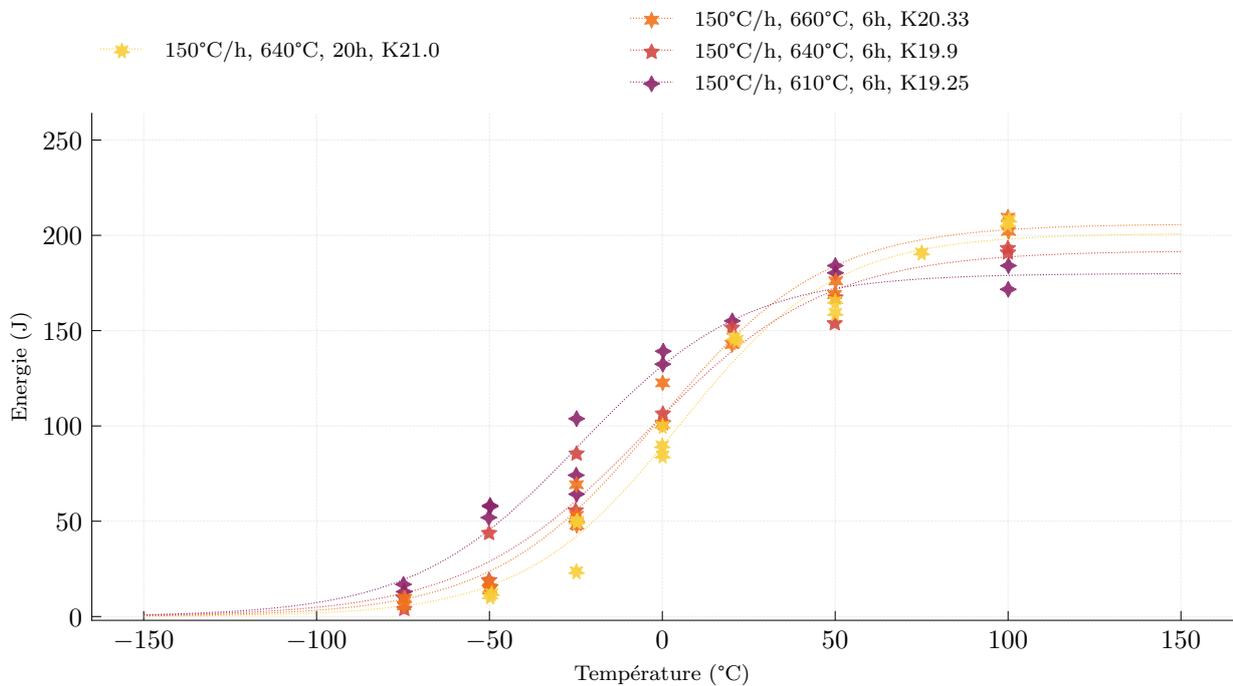


FIGURE A.86 – Comparaison des transitions ductile-fragile après un refroidissement à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$.

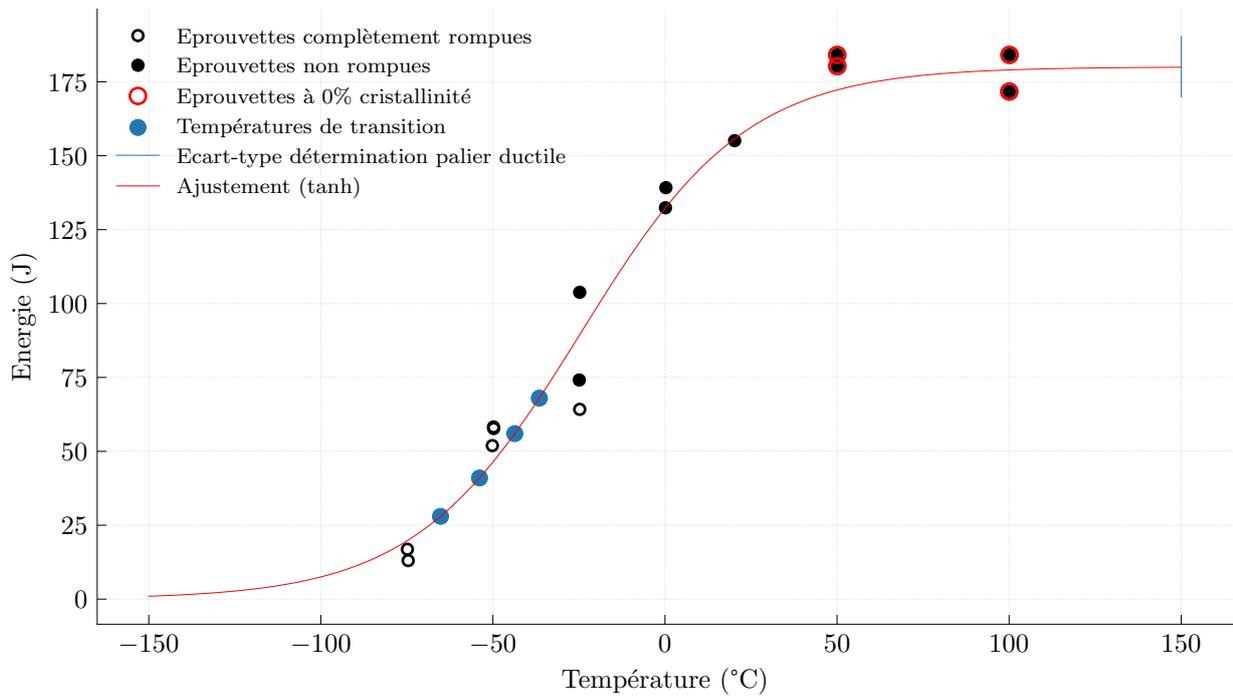


FIGURE A.87 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 610°C – 6h , $K = 19.25$.

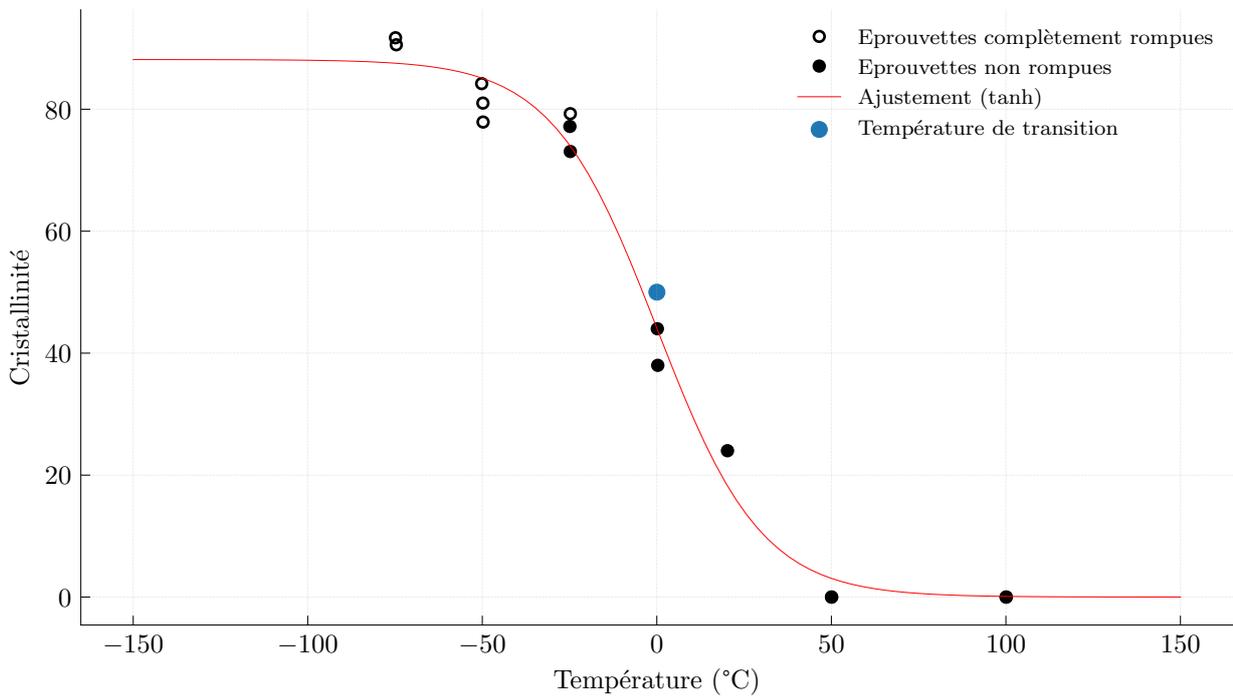


FIGURE A.88 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 610°C – 6h , $K = 19.25$.

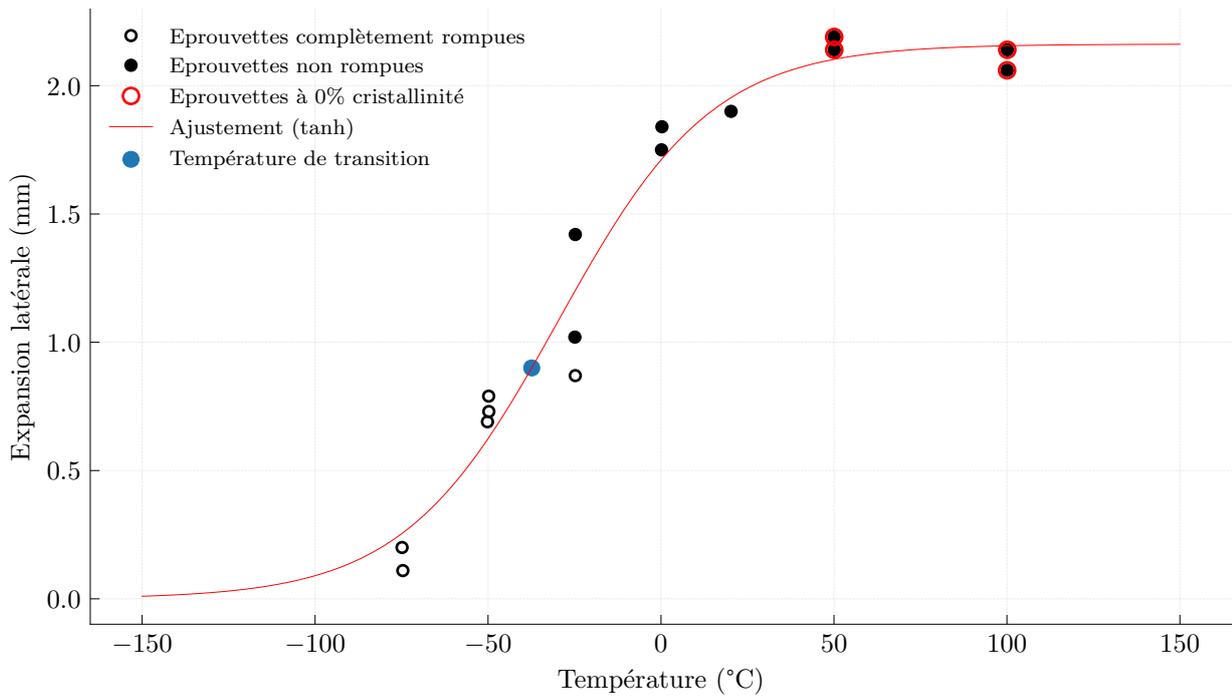


FIGURE A.89 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 6 h , $K = 19.25$.

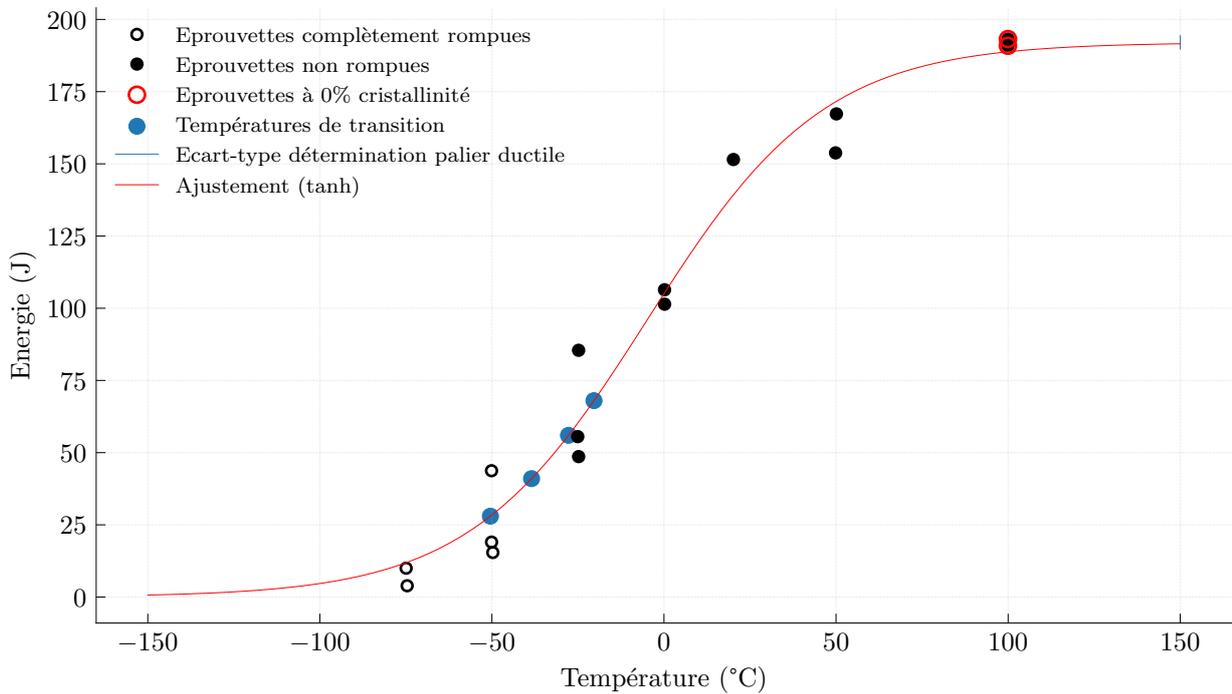


FIGURE A.90 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 6 h , $K = 19.90$.

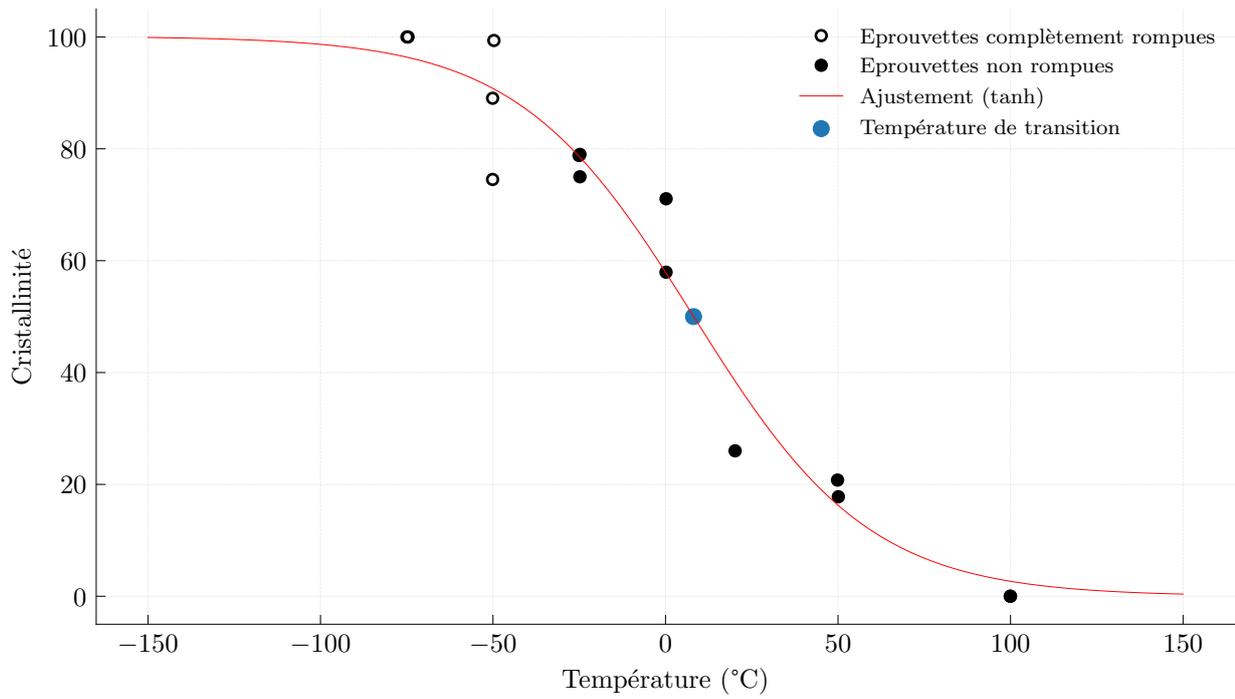


FIGURE A.91 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -6 h, $K = 19.90$.

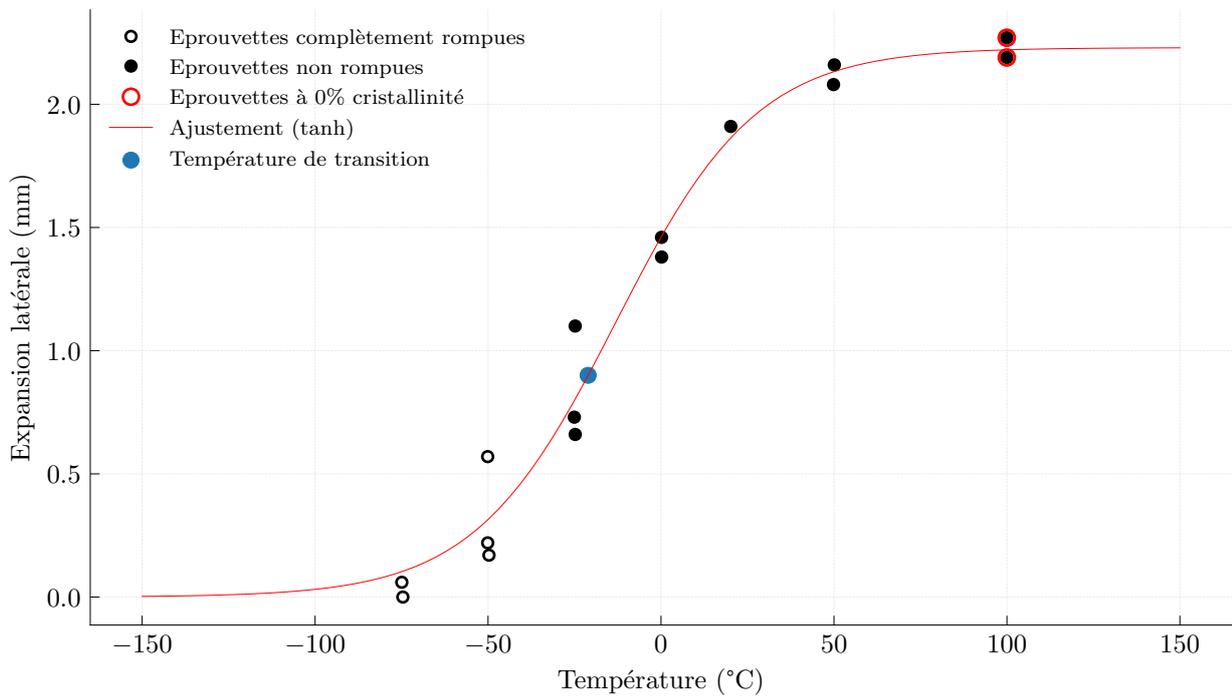


FIGURE A.92 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ -6 h, $K = 19.90$.

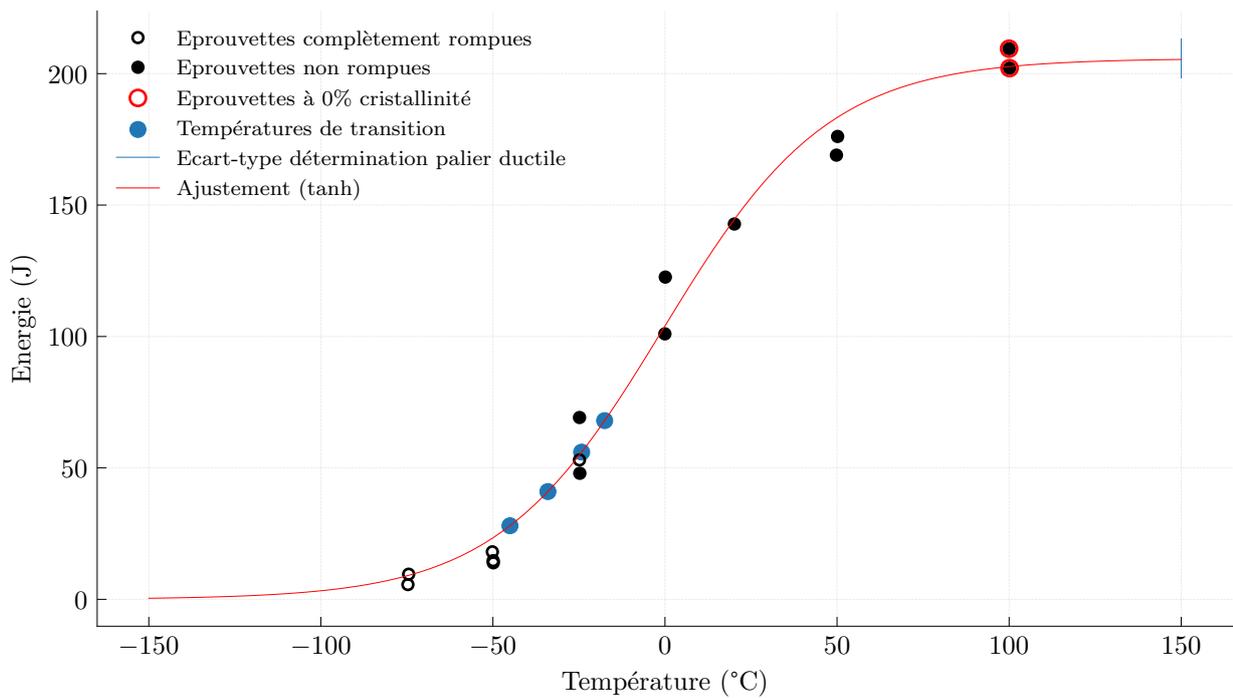


FIGURE A.93 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C – 6 h , $K = 20.33$.

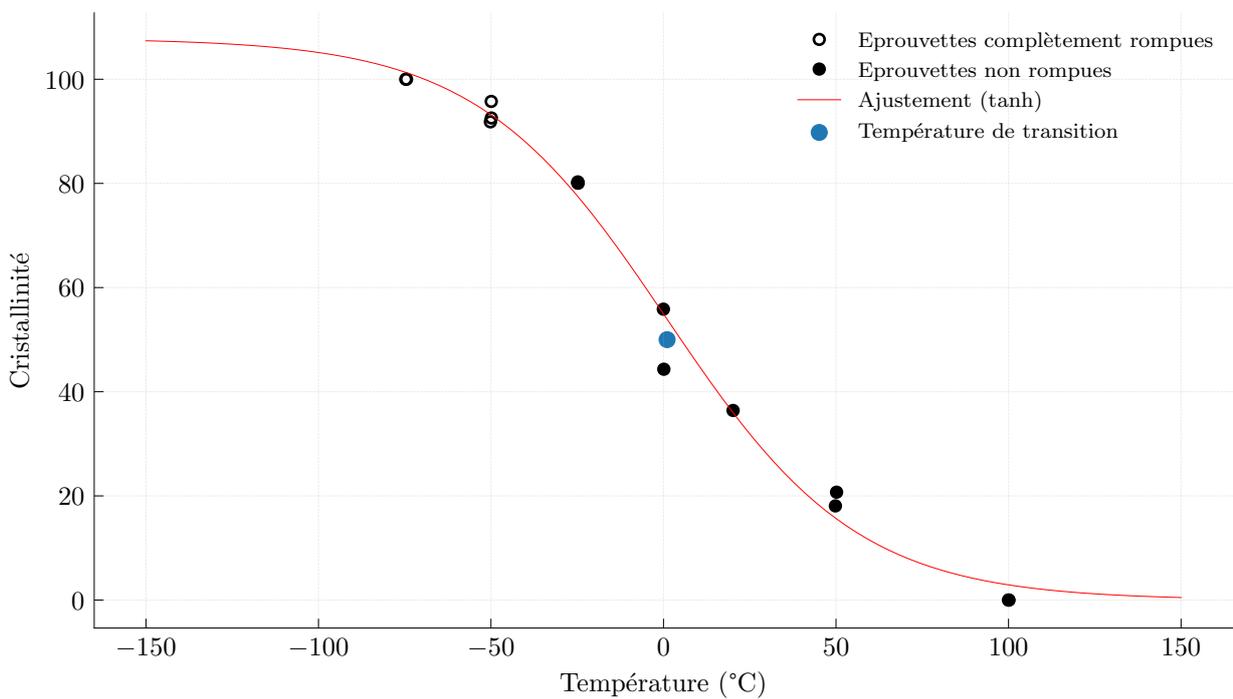


FIGURE A.94 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C – 6 h , $K = 20.33$.

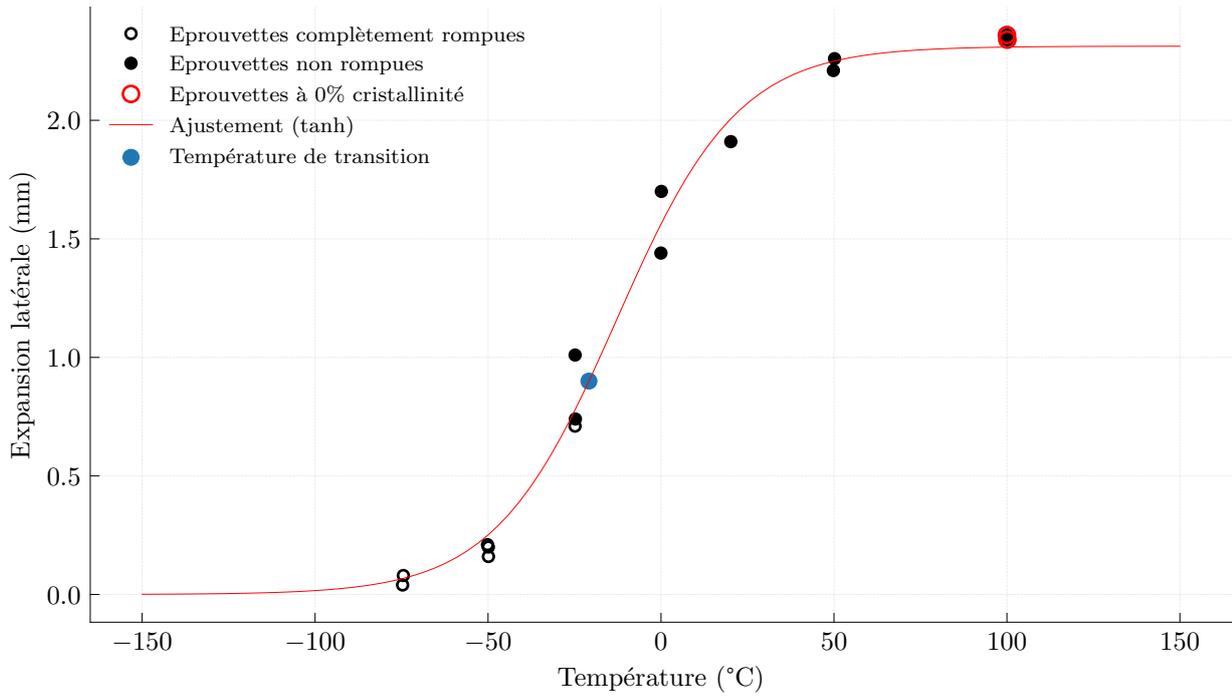


FIGURE A.95 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660 °C – 6 h , $K = 20.33$.

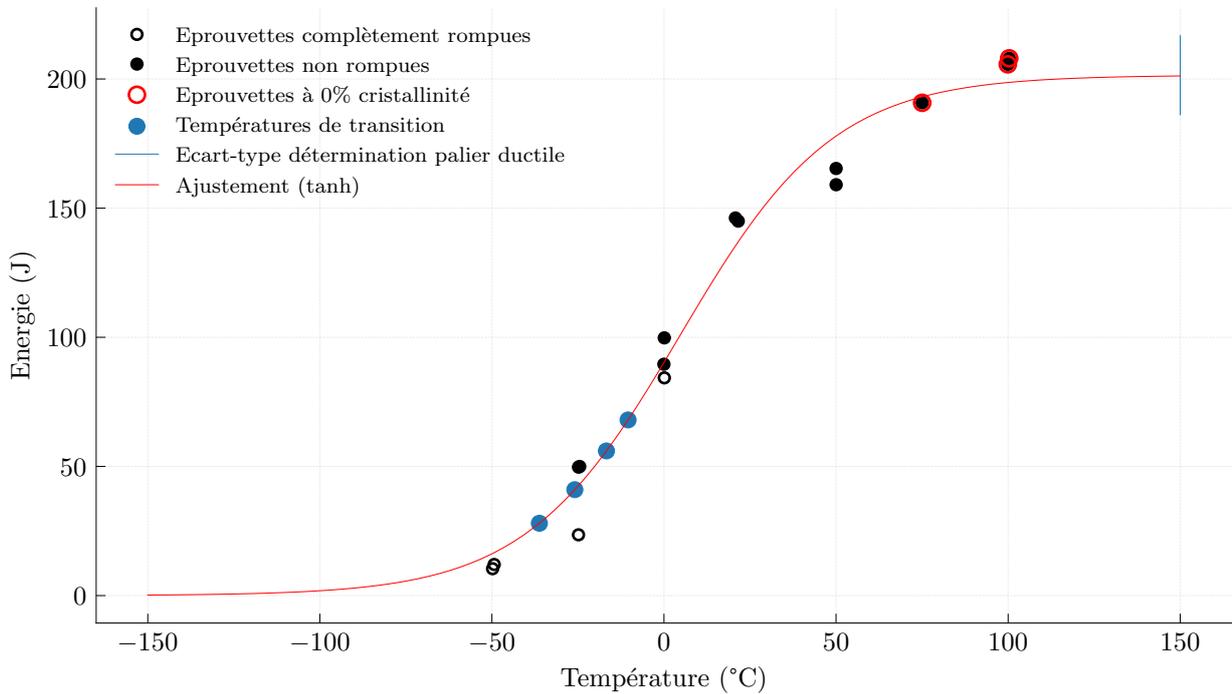


FIGURE A.96 – Courbe de transition ductile fragile du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 20 h , $K = 21.00$.

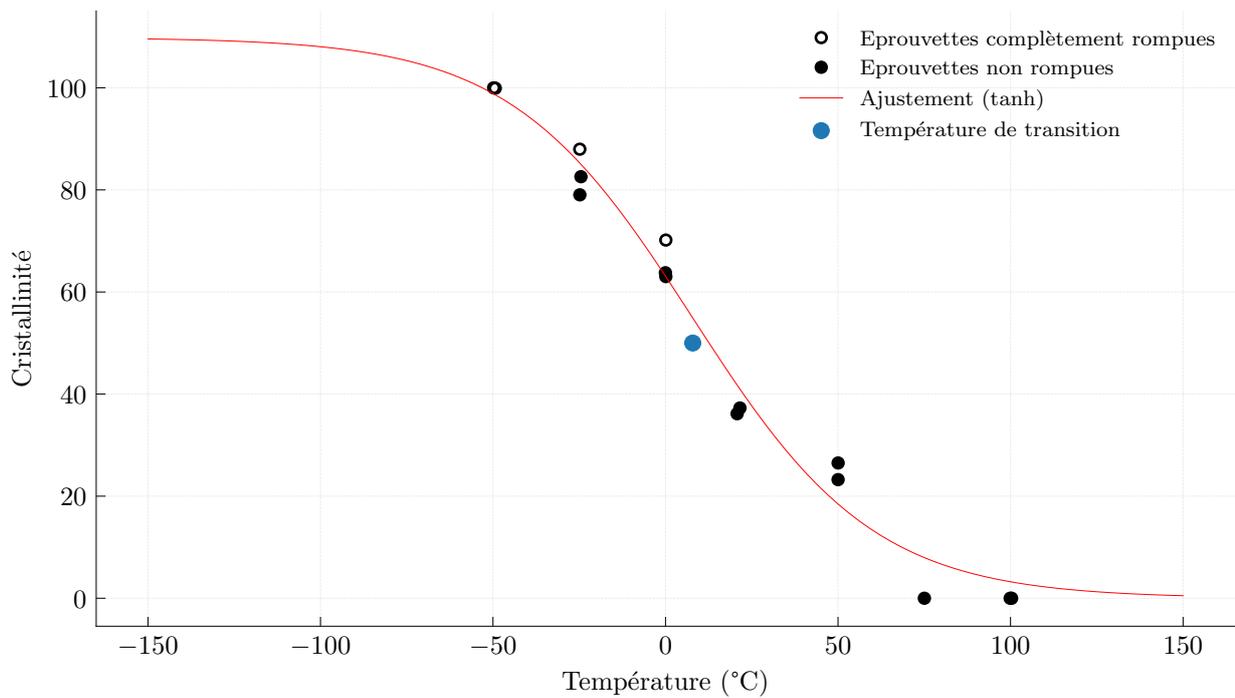


FIGURE A.97 – Courbe de transition ductile fragile en cristallinité du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

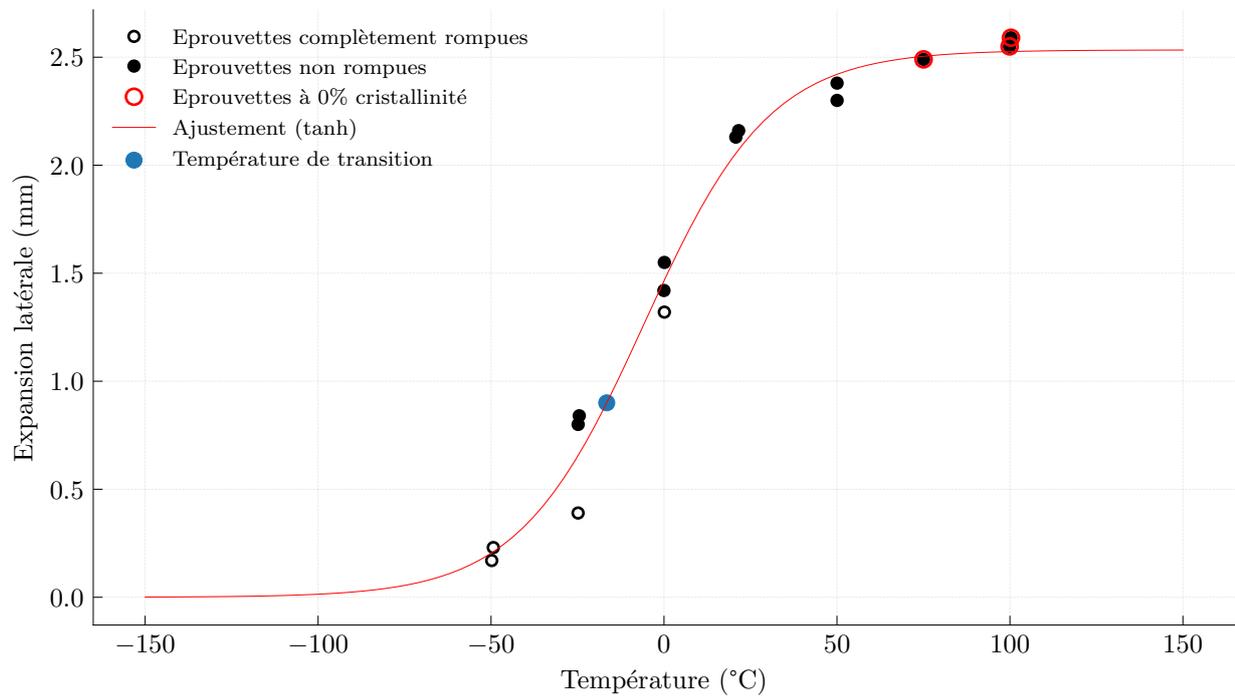


FIGURE A.98 – Courbe de transition ductile fragile en expansion latérale du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

1.2 Comparaison des transitions par paramètres de revenu

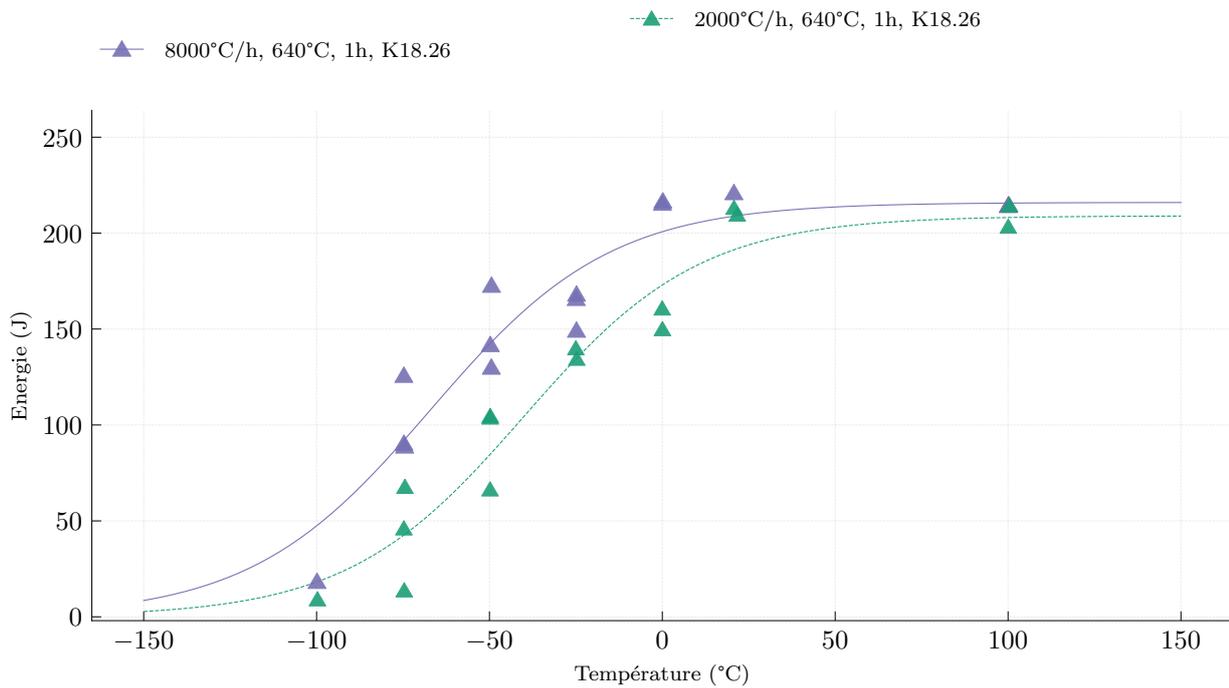


FIGURE A.99 – Comparaison des transitions ductile-fragile pour un revenu de $640^{\circ}\text{C} - 1\text{h} - K = 18.26$.

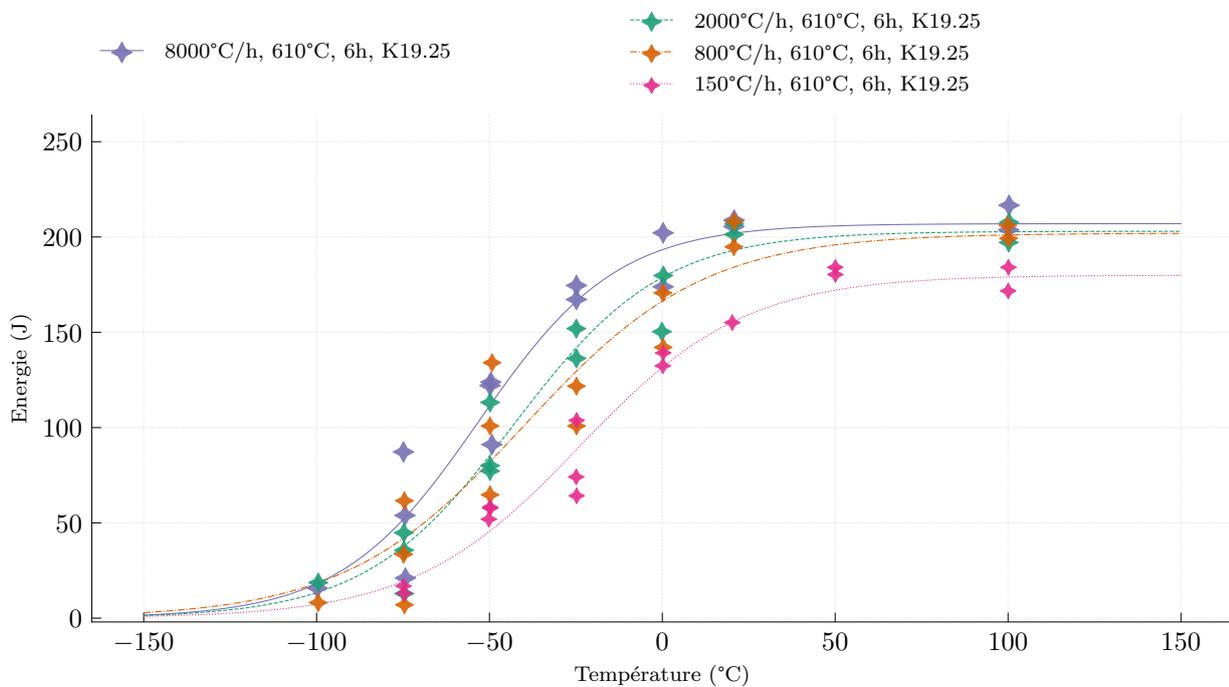


FIGURE A.100 – Comparaison des transitions ductile-fragile pour un revenu de $610^{\circ}\text{C} - 6\text{h} - K = 19.25$.

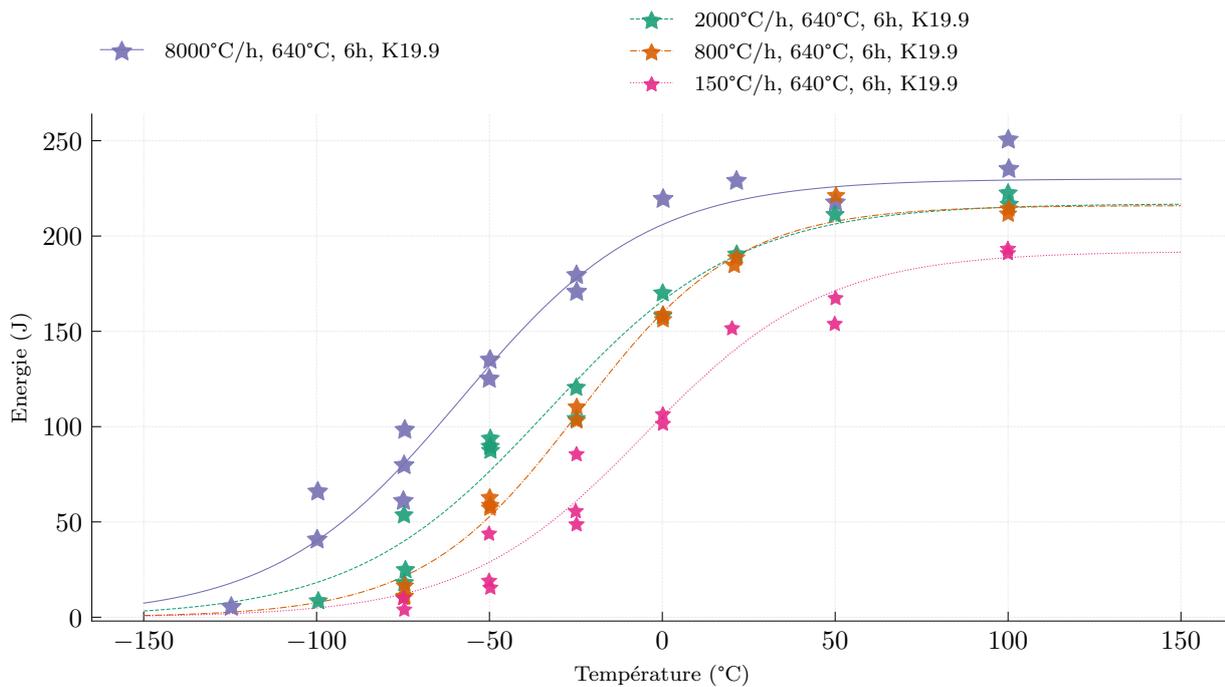


FIGURE A.101 – Comparaison des transitions ductile-fragile pour un revenu de 640°C – 6 h – $K = 19.90$.

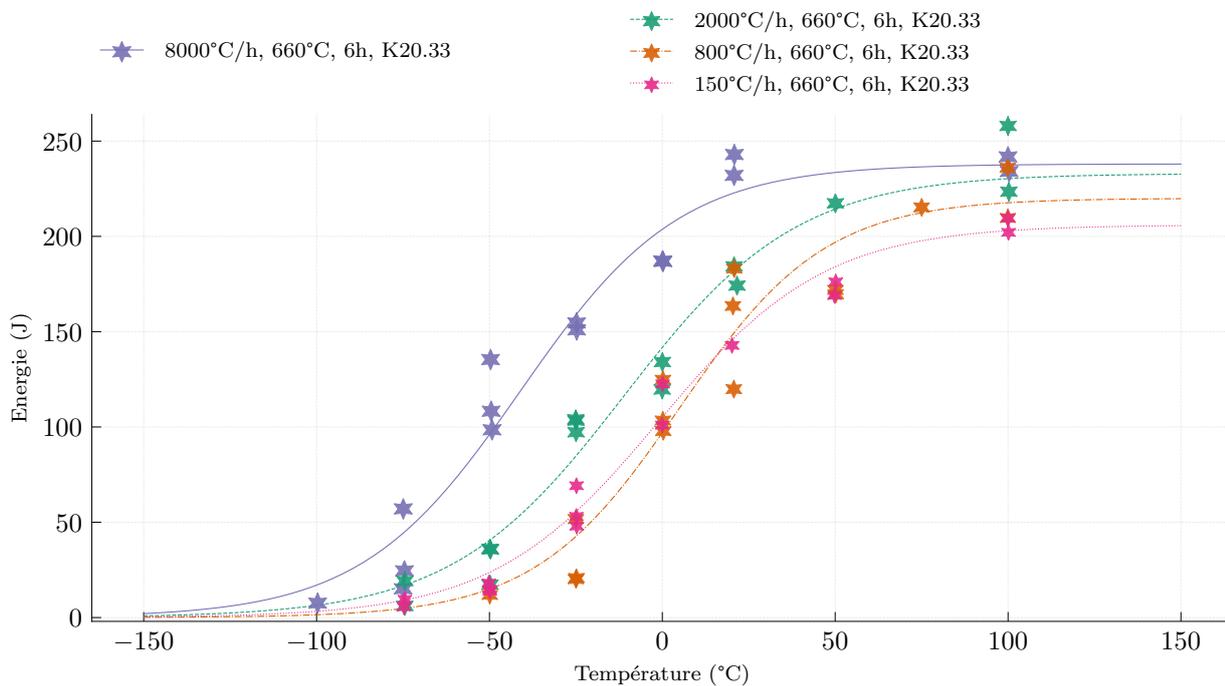


FIGURE A.102 – Comparaison des transitions ductile-fragile pour un revenu de 660°C – 6 h – $K = 20.33$.

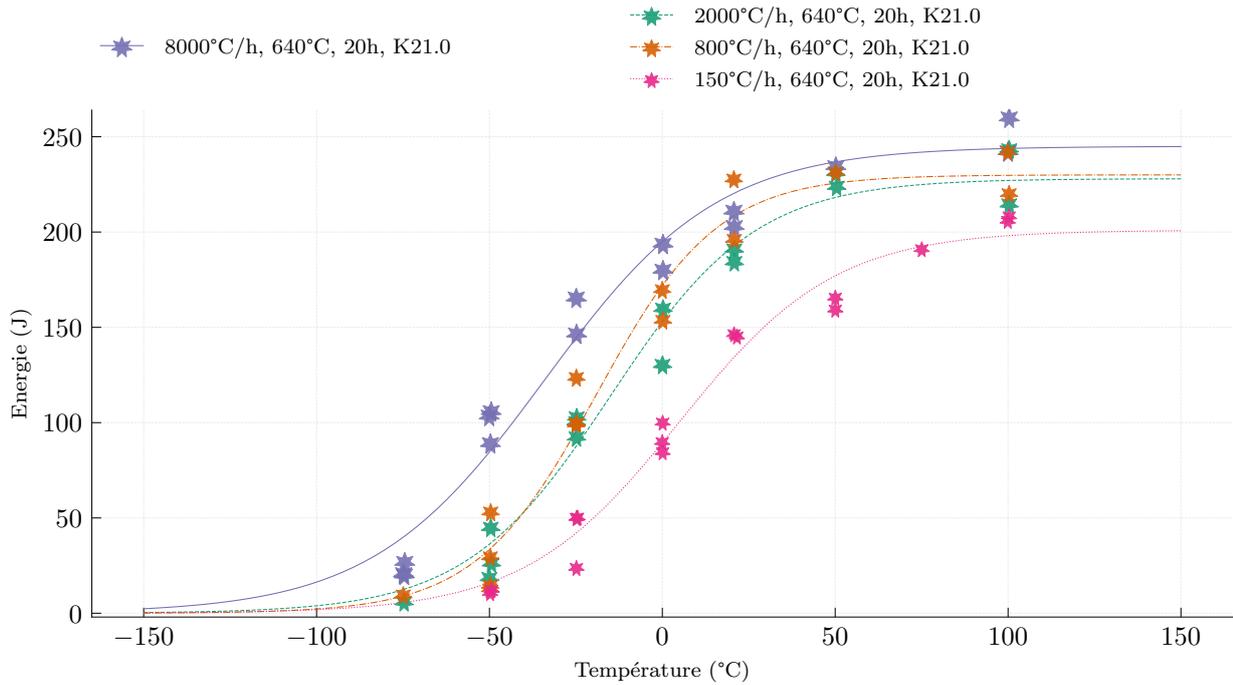


FIGURE A.103 – Comparaison des transitions ductile-fragile pour un revenu de 640°C – 20 h – $K = 21.00$.

2 Résultats de la méthode du Load Diagram par traitement thermique

Nous présentons ici les Load Diagram par traitement thermique.

2.1 Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$

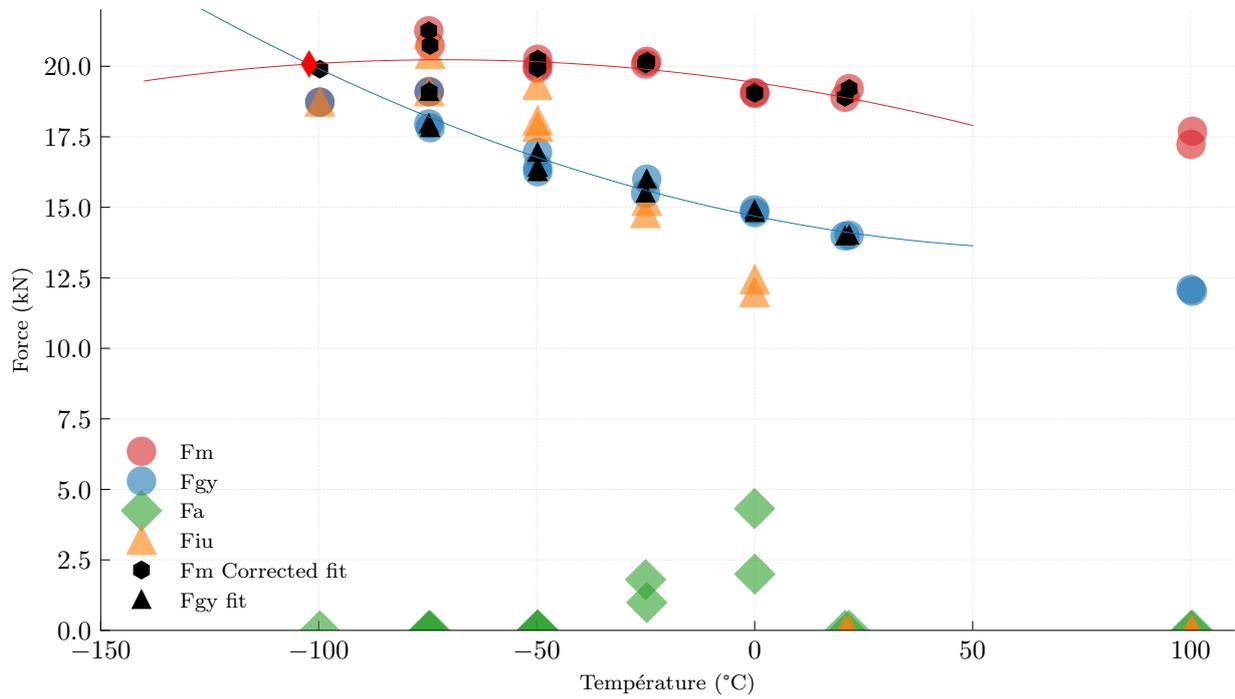


FIGURE A.104 – Load Diagram du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ –1 h, $K = 18.26$.

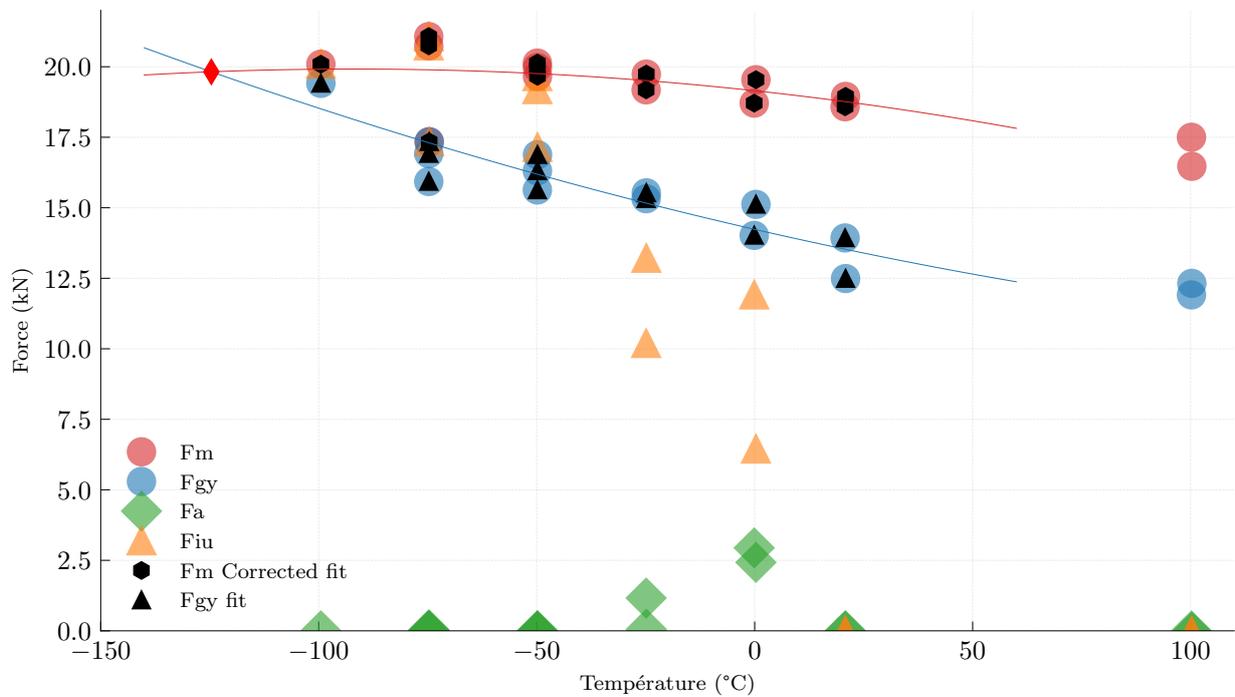


FIGURE A.105 – Load Diagram du traitement thermique $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ –6 h, $K = 19.25$.

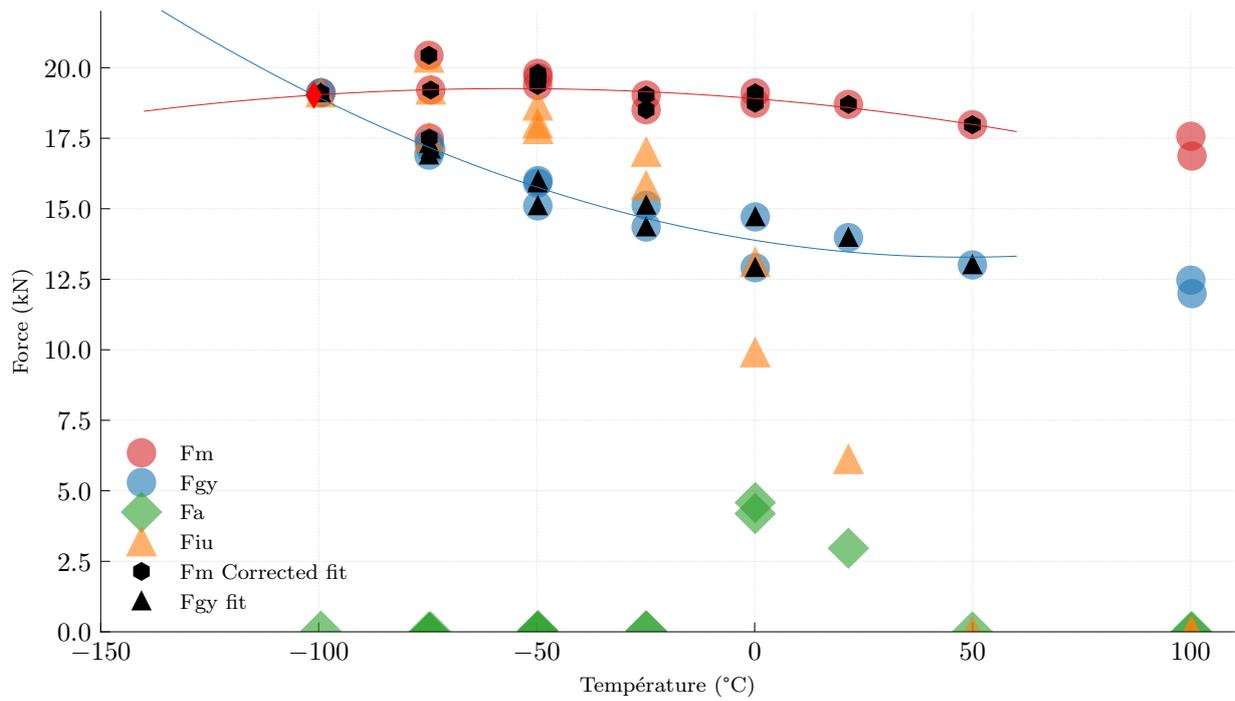


FIGURE A.106 – Load Diagram du traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ °C} - 6\text{ h}$, $K = 19.90$.

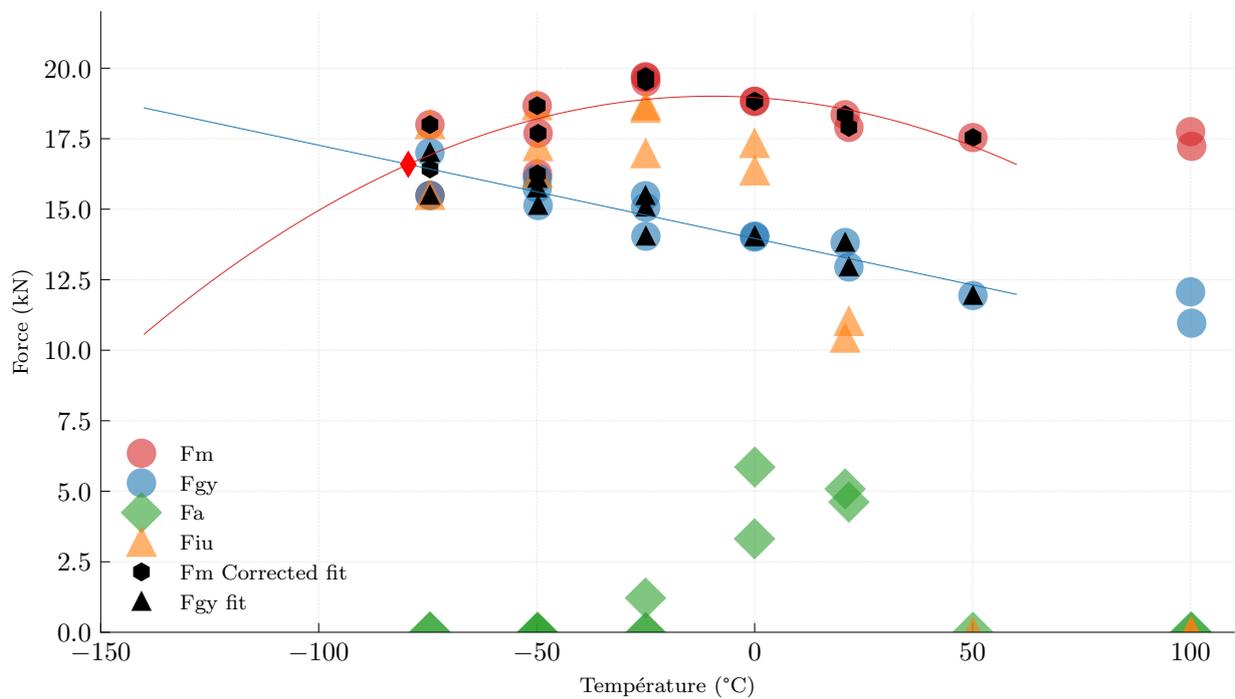


FIGURE A.107 – Load Diagram du traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1} - 660\text{ °C} - 6\text{ h}$, $K = 20.33$.

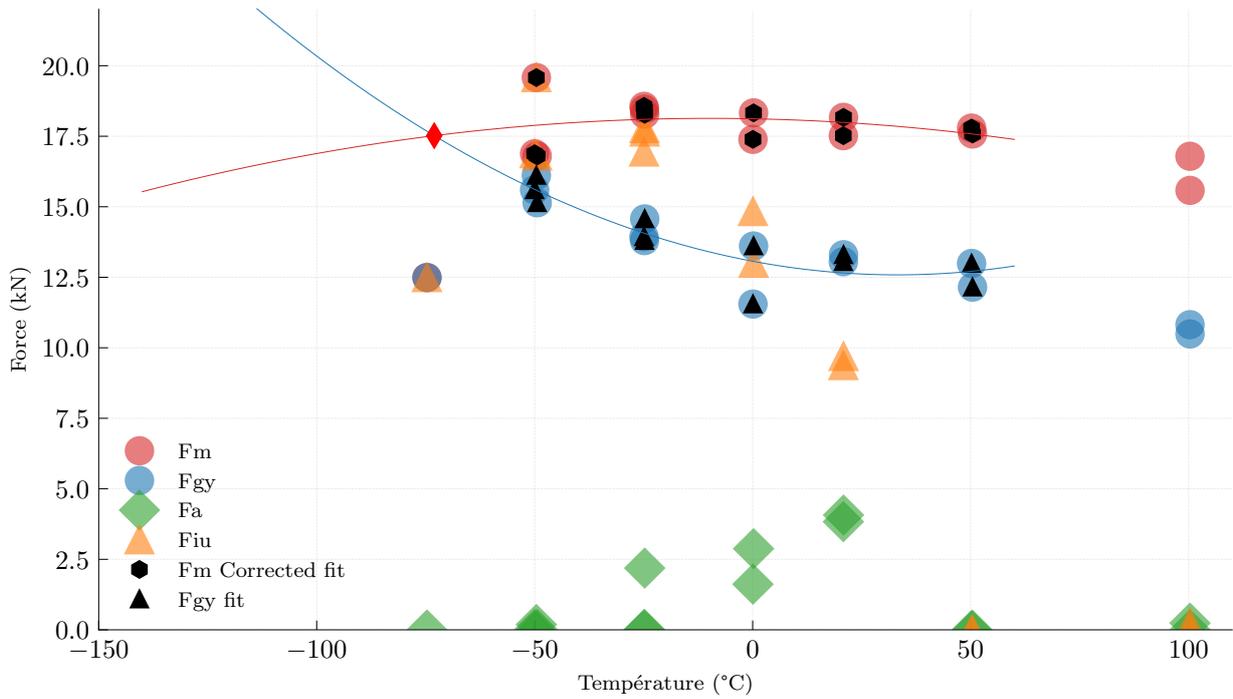


FIGURE A.108 – Load Diagram du traitement thermique $2000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

2.2 Refroidissement à $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$

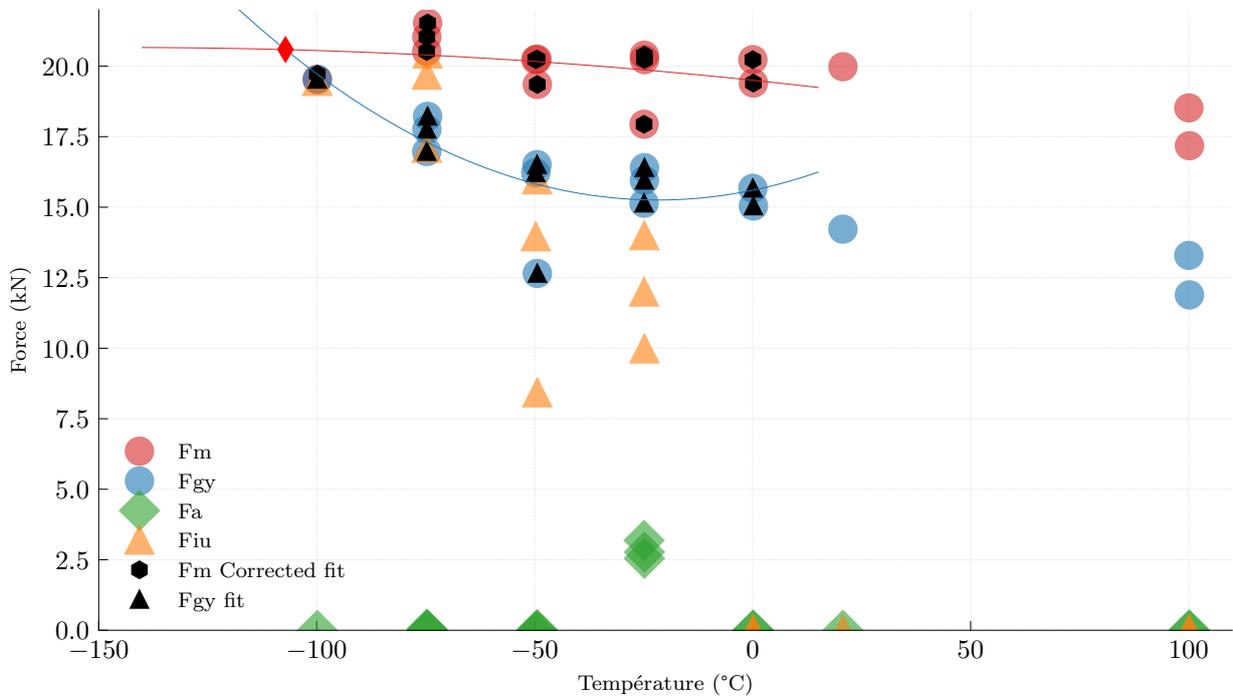


FIGURE A.109 – Load Diagram du traitement thermique $8000\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660 °C - 1 h , $K = 18.26$.

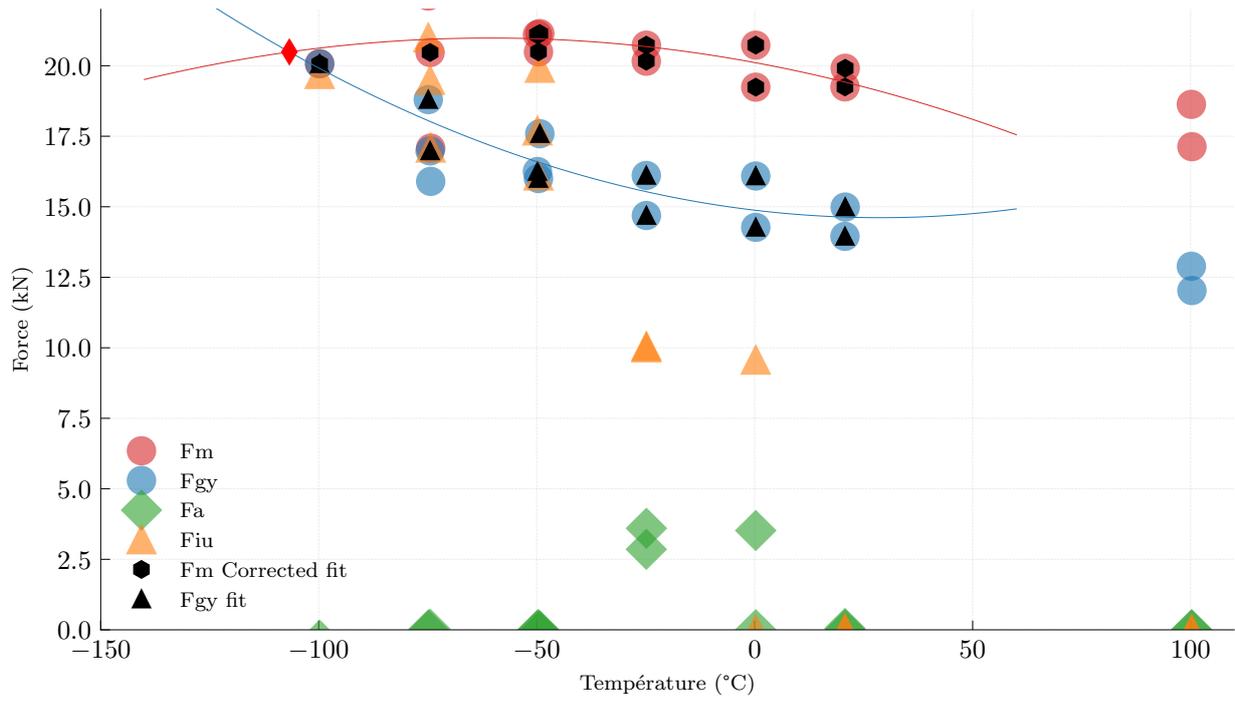


FIGURE A.110 – Load Diagram du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.25$.

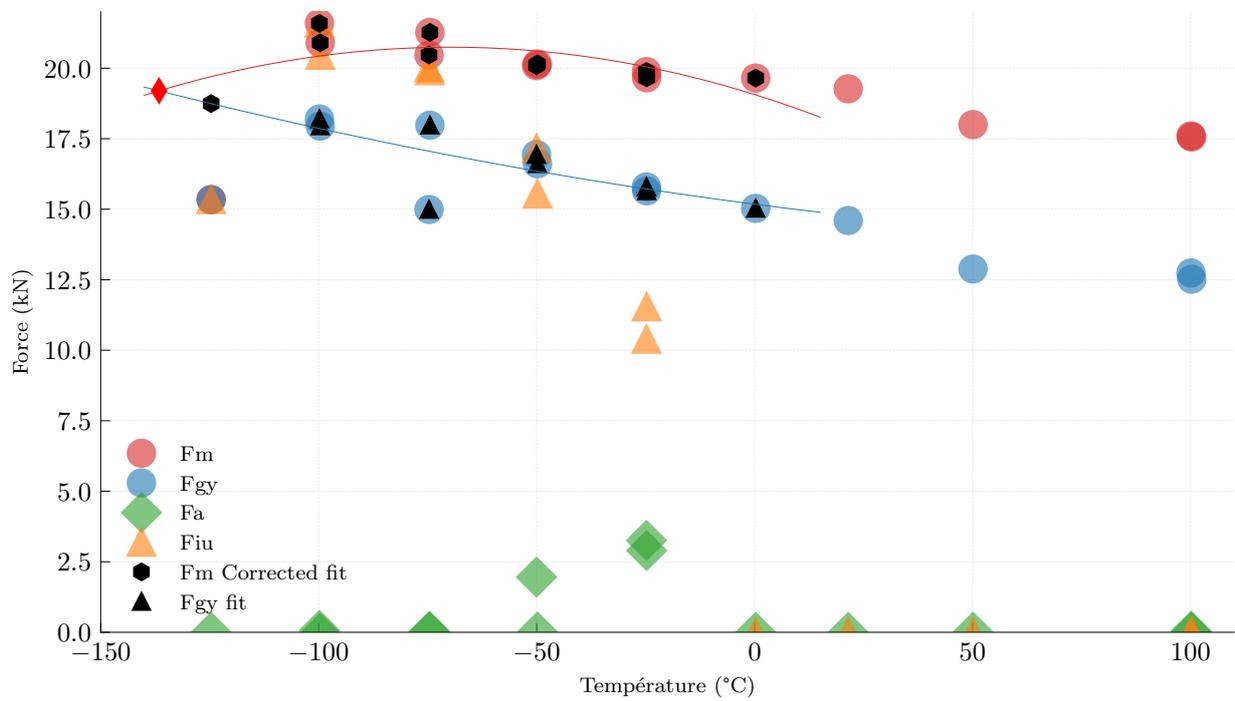


FIGURE A.111 – Load Diagram du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.90$.

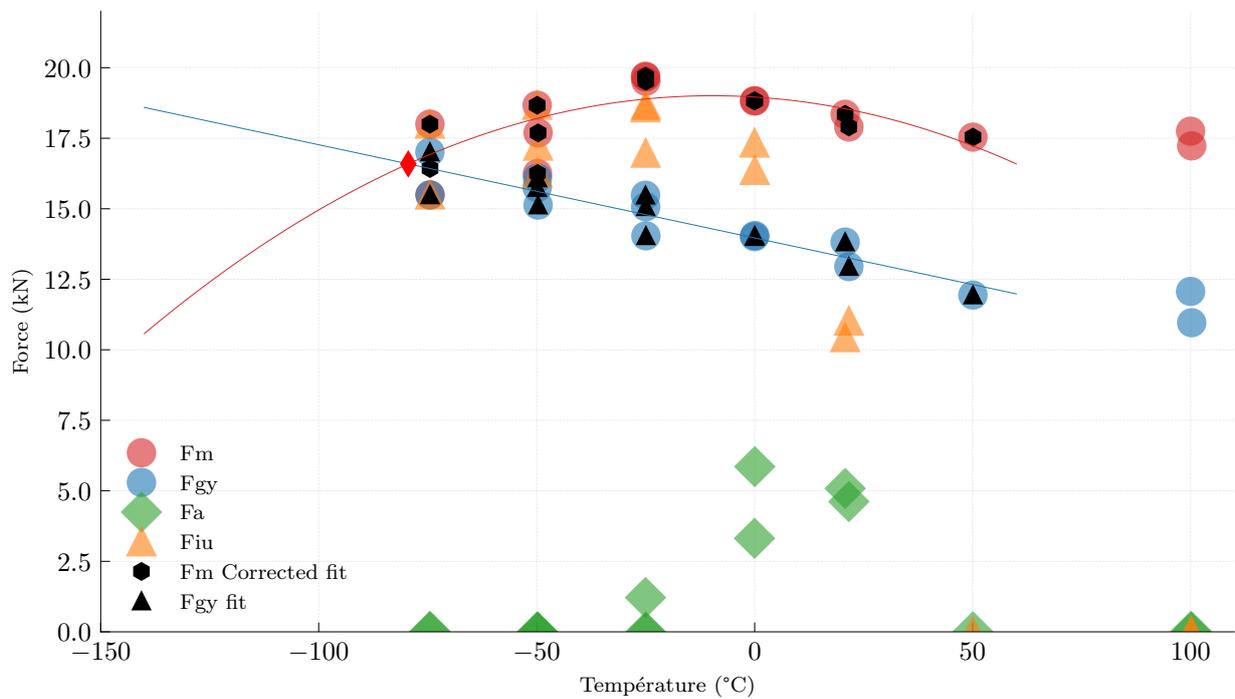


FIGURE A.112 – Load Diagram du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 660\text{ }^{\circ}\text{C} - 6\text{ h}$, $K = 20.33$.

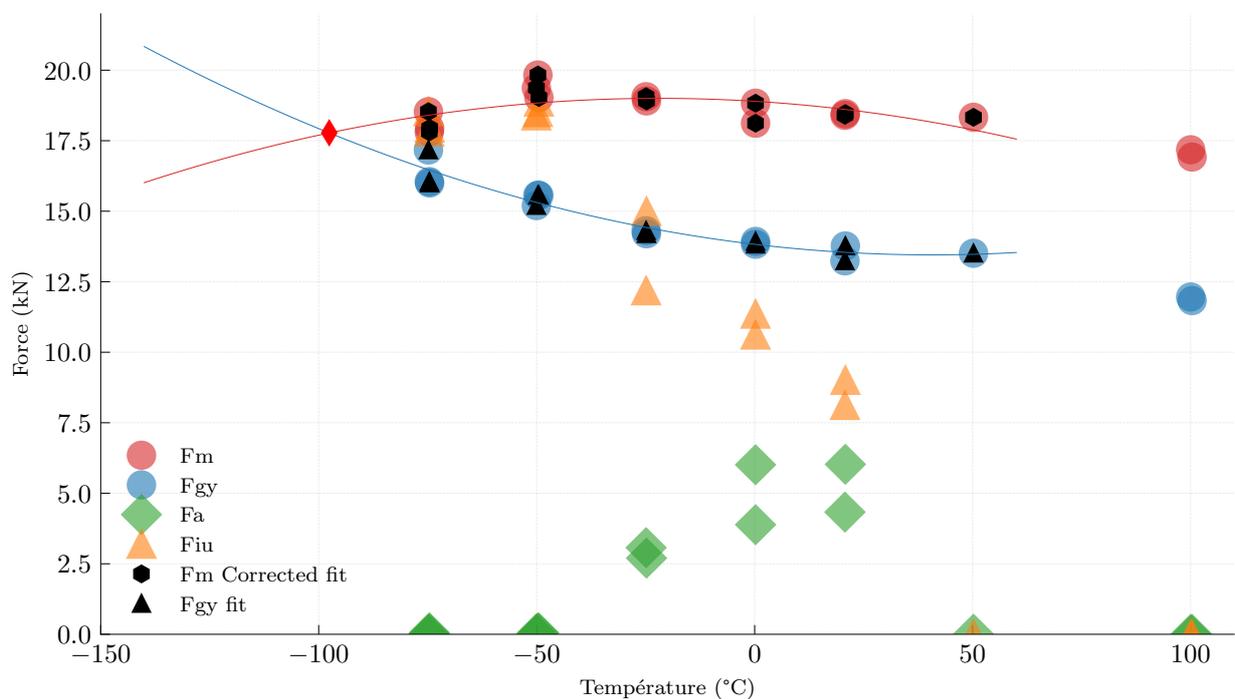


FIGURE A.113 – Load Diagram du traitement thermique $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640\text{ }^{\circ}\text{C} - 20\text{ h}$, $K = 21.00$.

2.3 Refroidissement à $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$

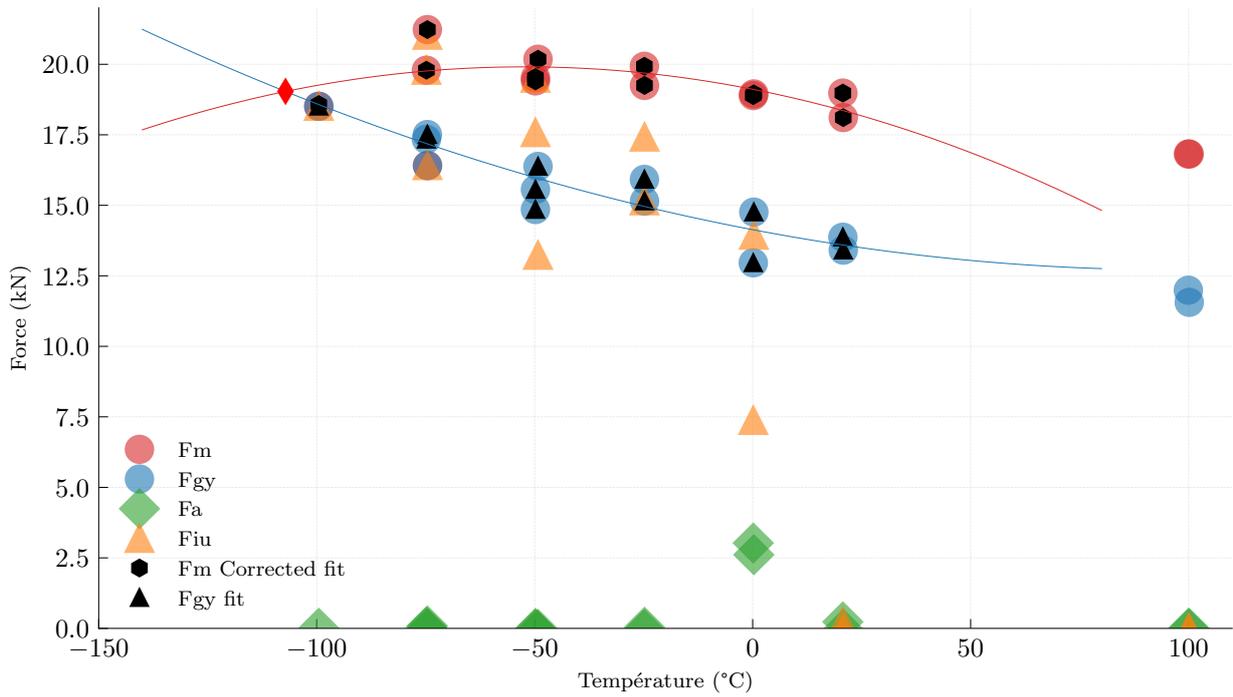


FIGURE A.114 – Load Diagram du traitement thermique $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.25$.

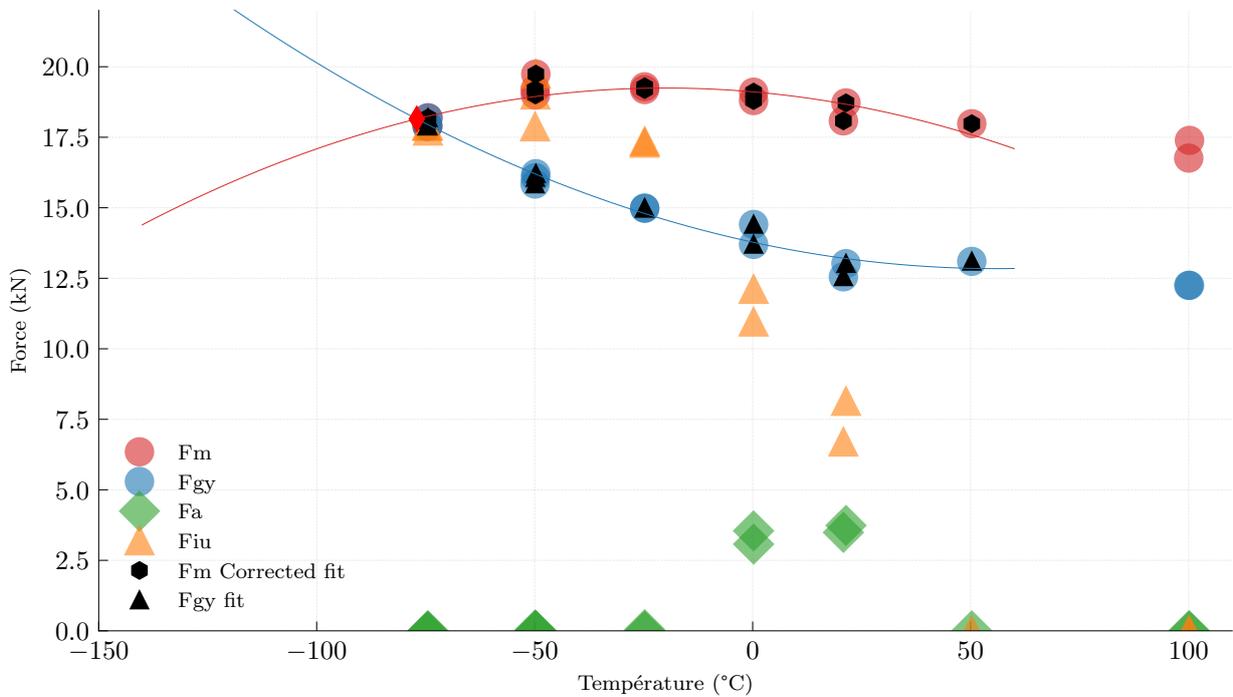


FIGURE A.115 – Load Diagram du traitement thermique $800\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 19.90$.

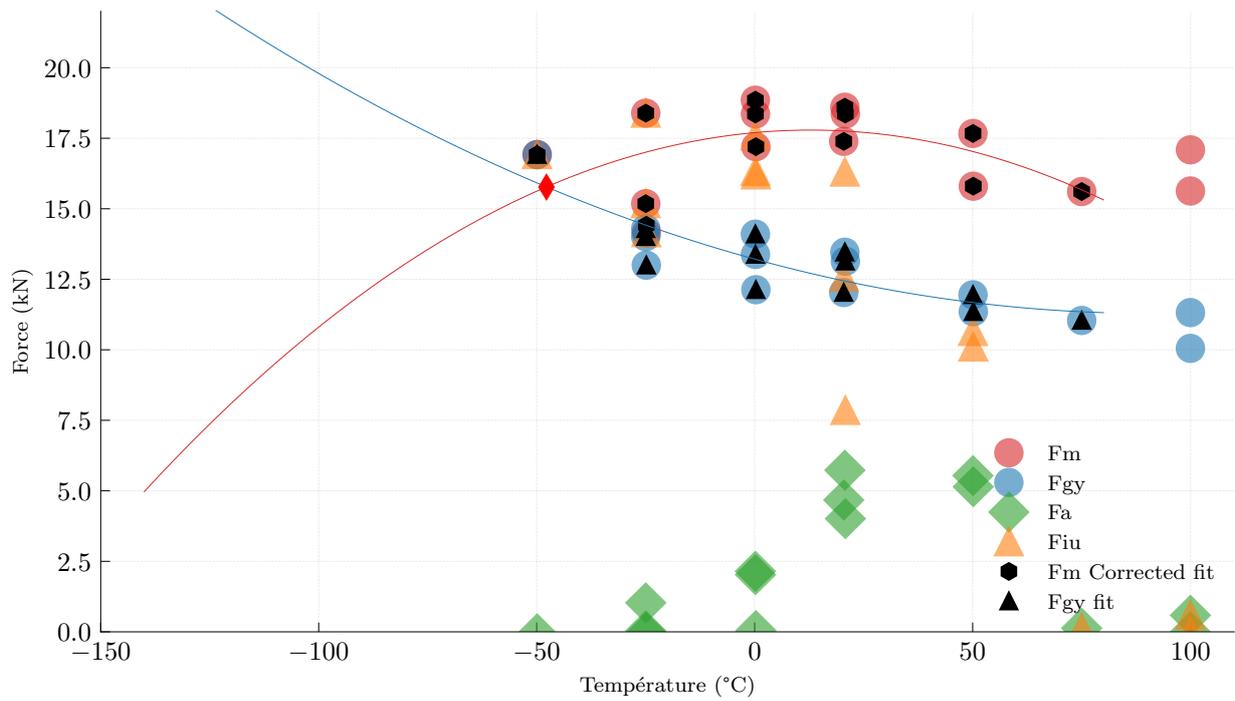


FIGURE A.116 – Load Diagram du traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660 °C - 6 h , $K = 20.33$.

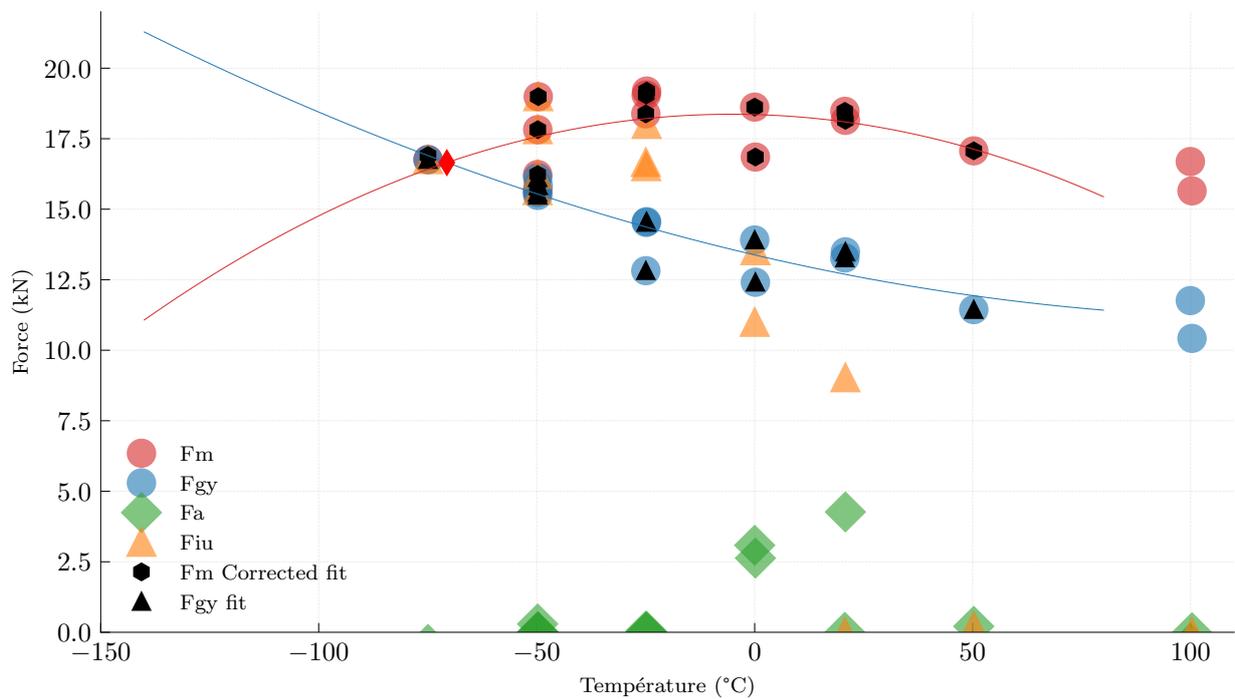


FIGURE A.117 – Load Diagram du traitement thermique $800\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640 °C - 20 h , $K = 21.00$.

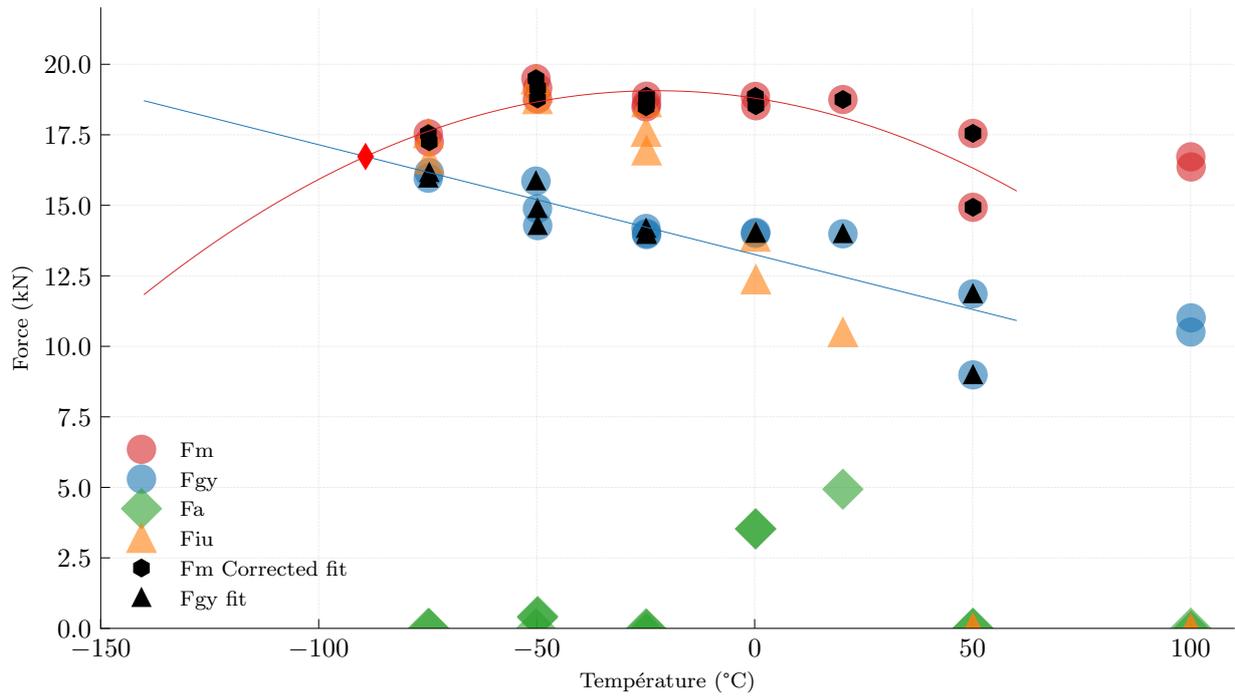
2.4 Refroidissement à $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ 

FIGURE A.118 – Load Diagram du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 610 °C – 6 h , $K = 19.25$.

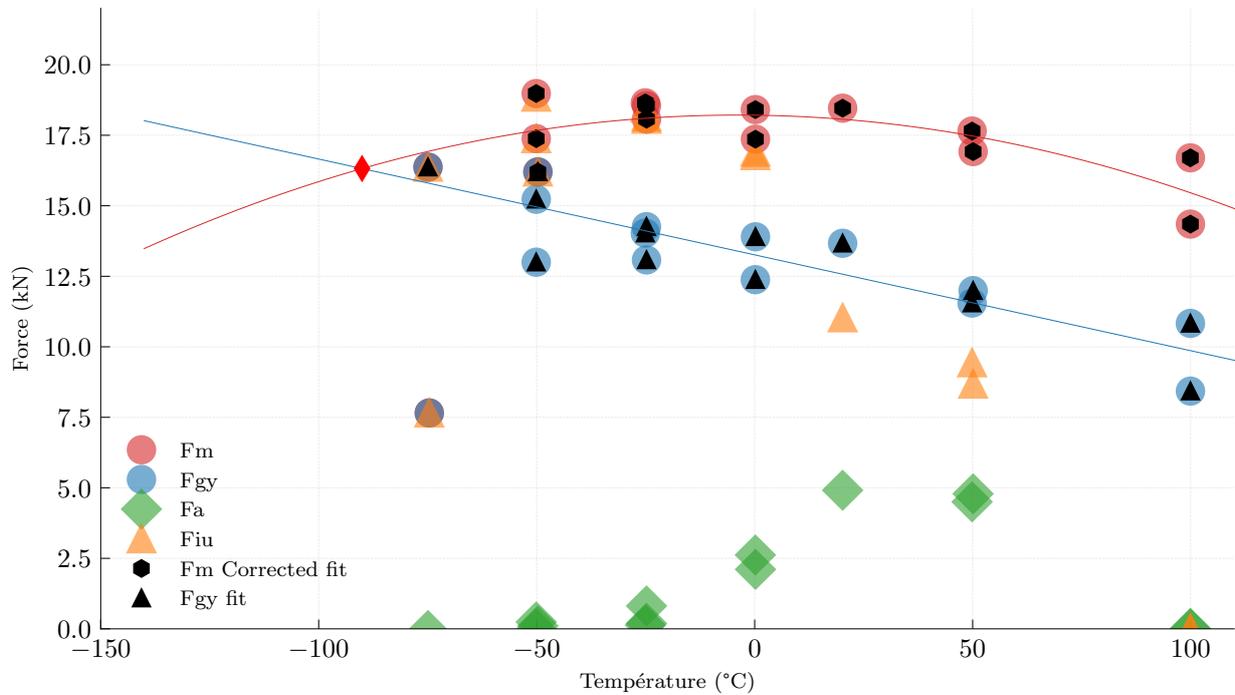


FIGURE A.119 – Load Diagram du traitement thermique $150\text{ °C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640 °C – 6 h , $K = 19.90$.

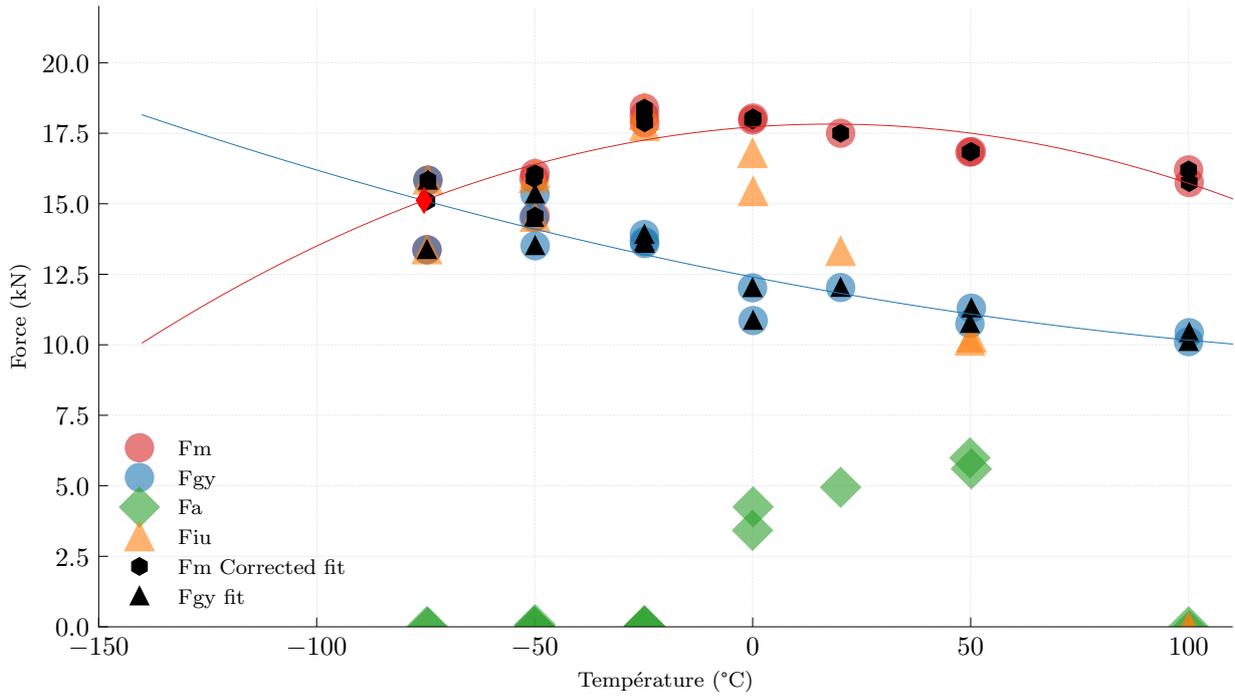


FIGURE A.120 – Load Diagram du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 6 h , $K = 20.33$.

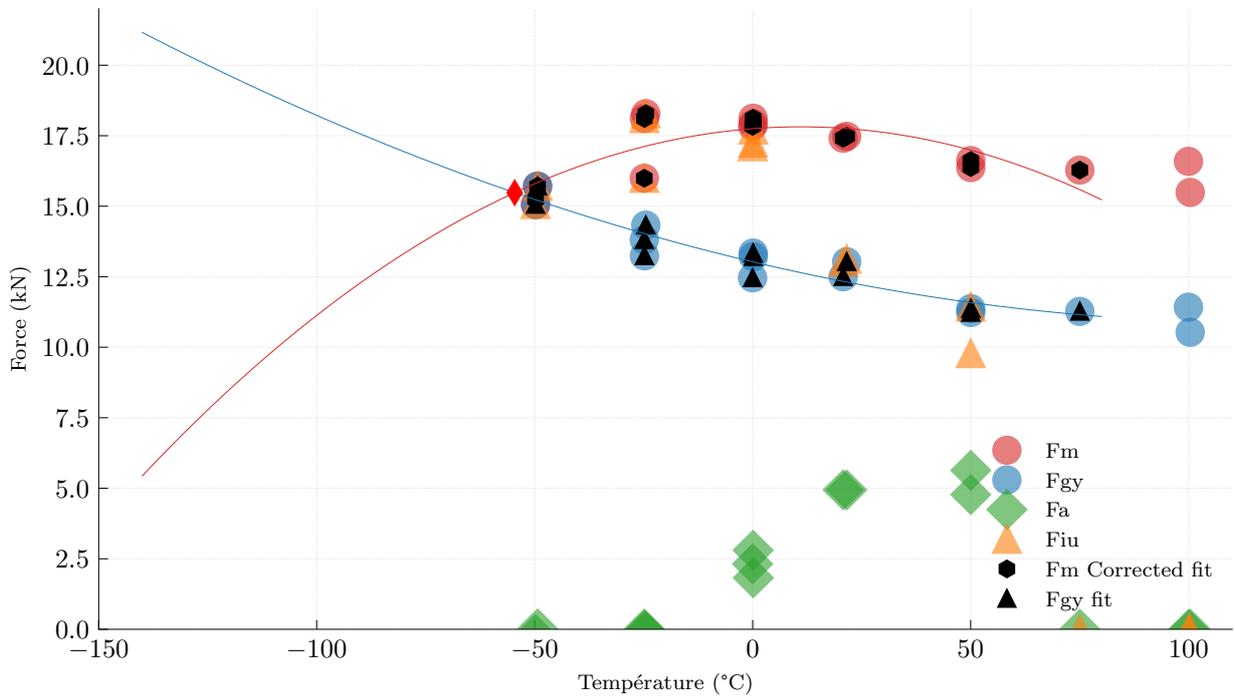


FIGURE A.121 – Load Diagram du traitement thermique $150\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ - $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ - 20 h , $K = 21.00$.

3 Ténacité

3.1 Conditions d'essai

Les essais de ténacité sont des essais de type K_{Ic} . La figure A.122 donne le plan d'éprouvette CT utilisée lors des essais. Il s'agit d'une éprouvette CT12.5 standard. Les éprouvettes ont été préfiessurées avec un rapport a_0/W compris entre 0.45 et 0.55.

Une machine d'essai universelle hydraulique de marque INSTRON de capacité 250 kN, équipée d'une cellule de force de 25 kN et d'une chambre thermique ont été utilisées. Les essais ont été pilotés par l'ouverture de l'éprouvette ($0,15 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$) avec un chargement monotone.

La valeur du module d'Young utilisée vaut $E = 210 - 0.063(T - 20)$. Les limites d'élasticité (de la forme $Rp_{0.2} = a + b \exp(-cT)$) en températures sont dérivées des essais de traction faits en températures décrits à l'annexe 4.

Le lecteur pourra se référer à FRANÇOIS (2007) et ASTM-E1921-02 (1997) pour plus de détails sur cet essai.

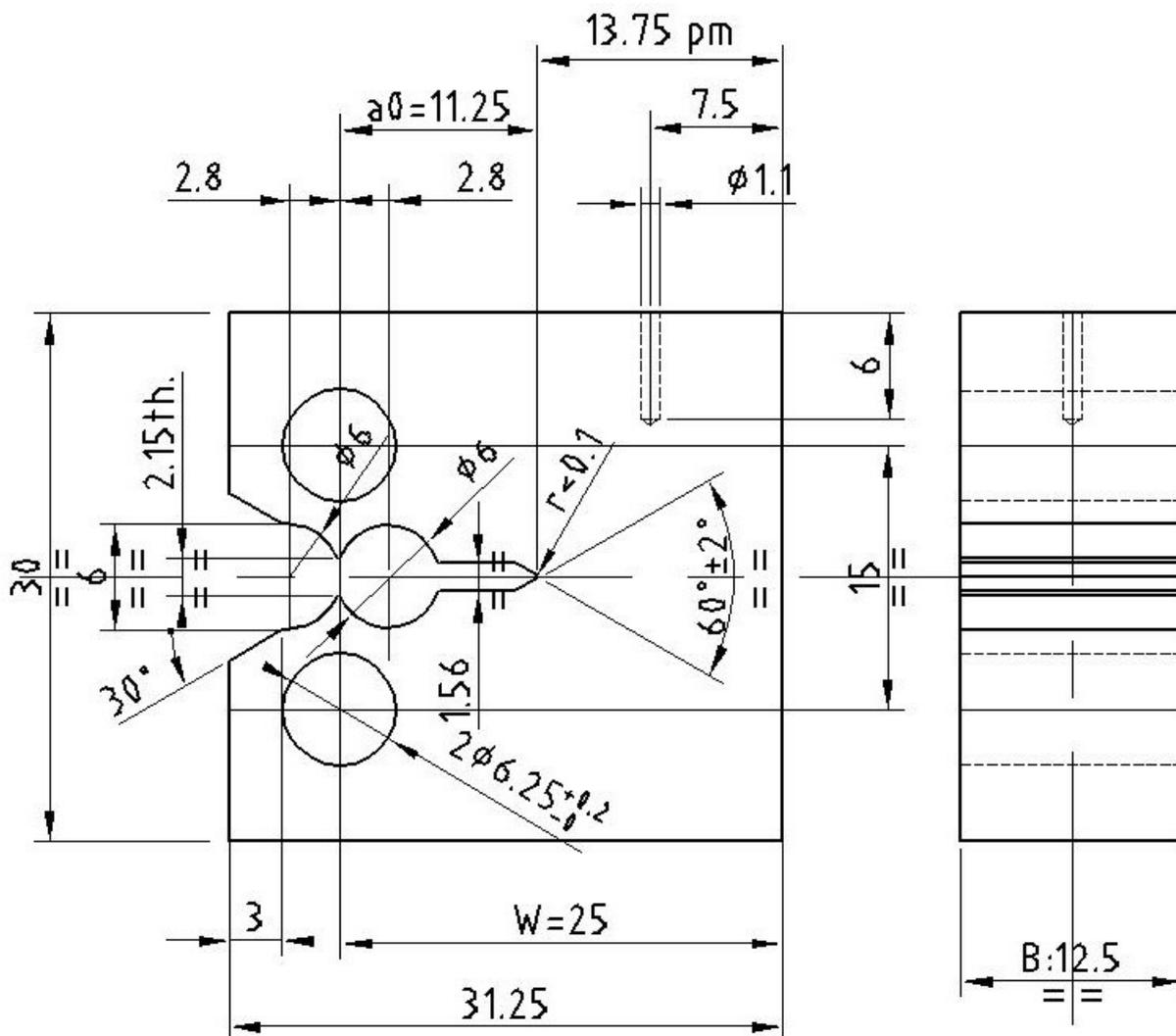


FIGURE A.122 – Plan de l'éprouvette de ténacité utilisée lors des essais.

La température d'essais initiale a été choisie suivant la recommandation de la norme ASTM

1820–21 : $T_{essai} = T_{41J} - 28$, puis en fonction du résultat les températures suivantes ont été choisies de manière à encadrer la température T_0 . Dans la mesure du possible, les essais seront réalisés à trois températures différentes à raison de quatre éprouvettes par température.

La détermination de la température T_0 de la Master Curve, a été faite à l'aide de l'approche multi-température.

3.2 Résultats expérimentaux

Les graphiques suivant donne les courbes de la force en fonction de l'ouverture pour les trois conditions de traitement thermique. Concernant l'approche de la Master Curve, tous les essais, sauf deux du traitement thermique à $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$, répondent au critère $K_{jc} \leq K_{jlim}$.

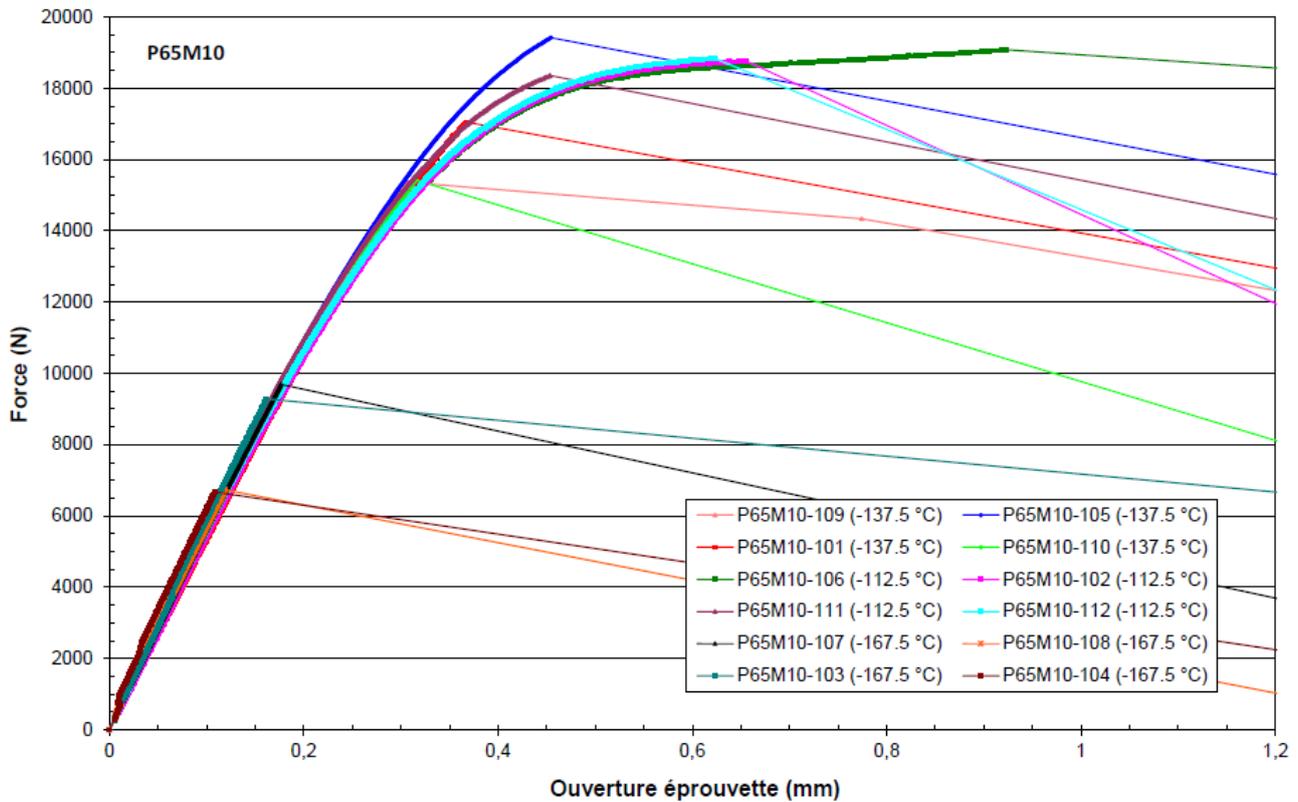


FIGURE A.123 – Courbes force – ouverture des essais réalisés pour le traitement thermique $8000^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640^\circ\text{C} - 6\text{h} - K = 19.90$.

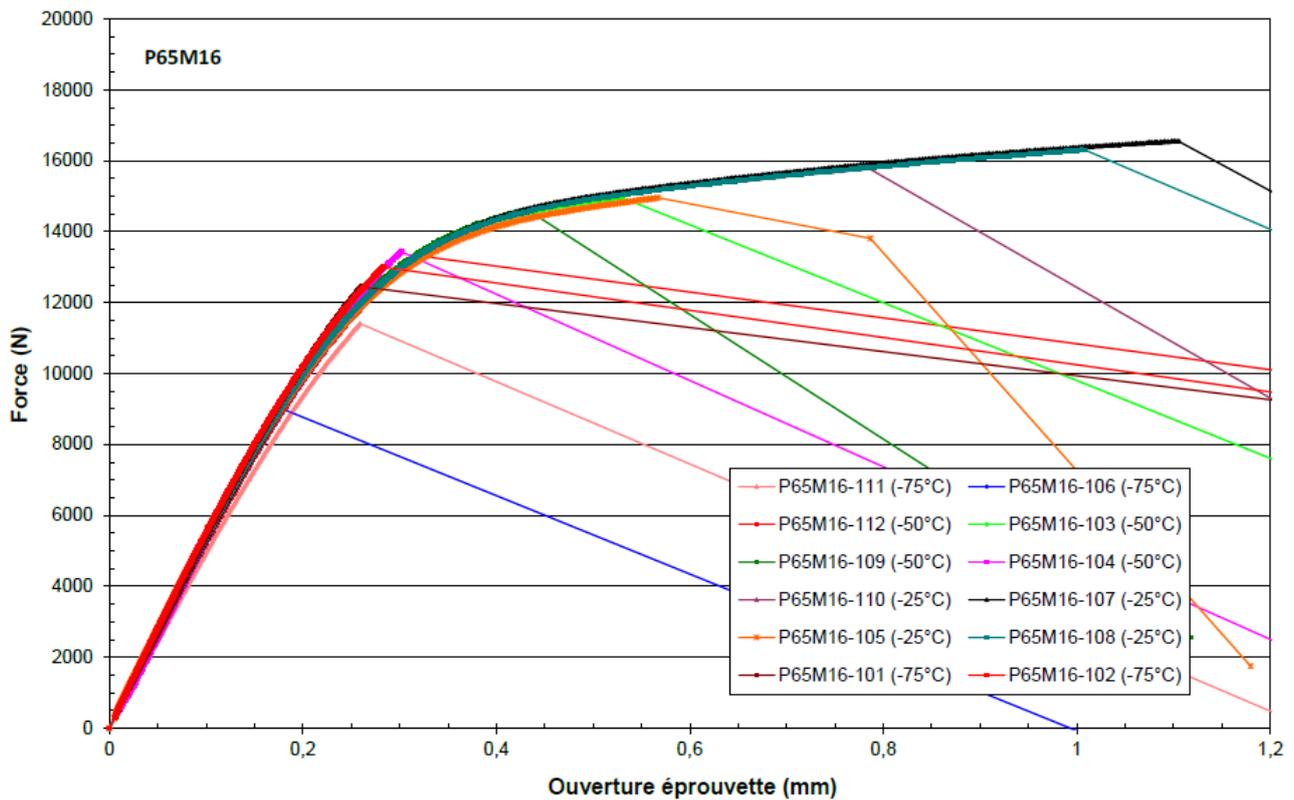


FIGURE A.124 – Courbes force – ouverture des essais réalisés pour le traitement thermique $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640^{\circ}\text{C} - 6\text{h} - K = 19.90$.

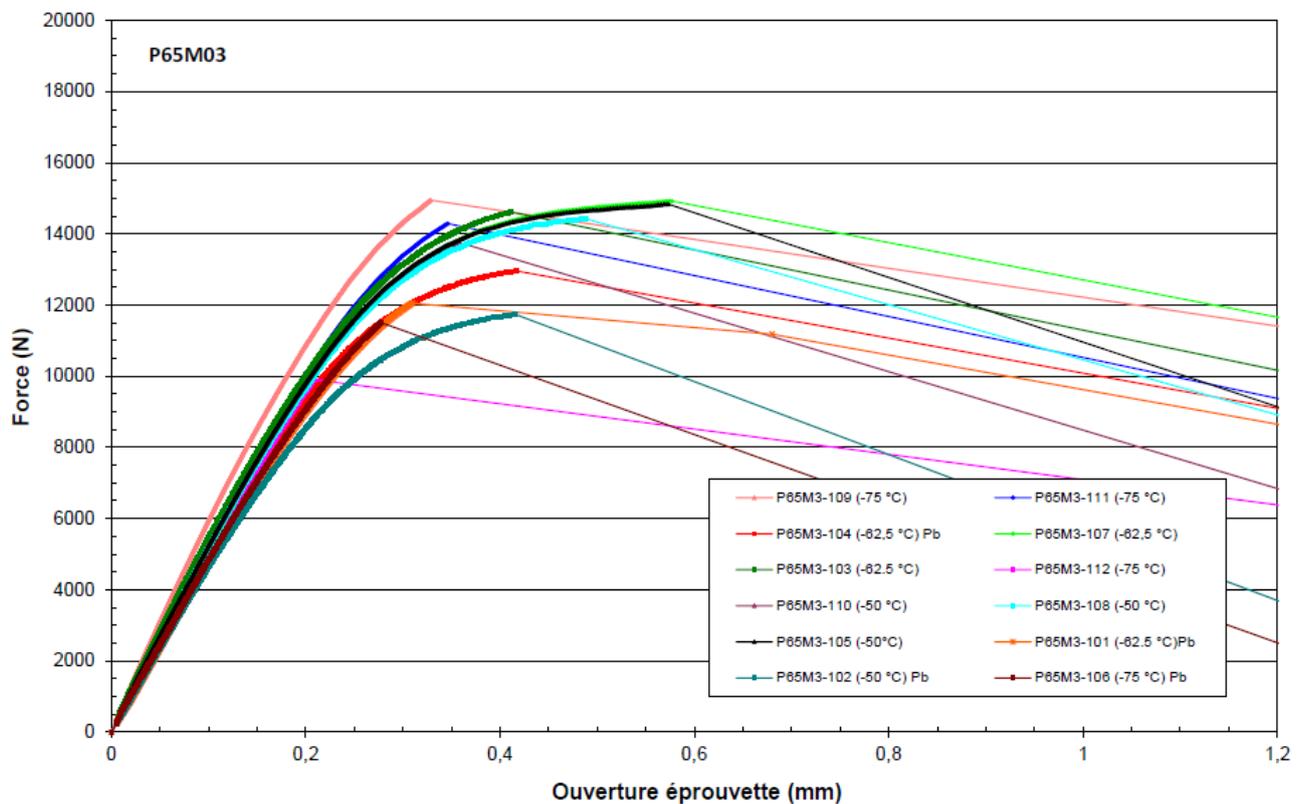


FIGURE A.125 – Courbes force – ouverture des essais réalisés pour le traitement thermique $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1} - 640^{\circ}\text{C} - 20\text{h} - K = 19.90$.

4 Essais de traction

4.1 Conditions expérimentales

Les courbes de traction ont été déterminées à l'aide d'une machine de traction INSTRON 4507 d'une capacité de 20 kN. Les essais ont été pilotés en allongement avec une vitesse d'allongement traverse initiale de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Avant le début de l'essai, l'éprouvette est mise en tension sous 60 MPa environ. La température de l'enceinte a été suivie pour toutes les conditions avec des thermocouples calibrés (Type K pour les températures de -120°C à 20°C et type T pour les températures supérieures à 20°C). Les essais de -120°C à 100°C ont été suivis, en plus du déplacement traverse, par un extensomètre calibré pour des températures comprises entre -200°C et 200°C et étalonné au début de la campagne d'essais.

La figure donne le plan des éprouvettes utilisées pour les essais. Il s'agit d'éprouvettes de traction lisses cylindrique avec une zone utile de diamètre 3 mm et de longueur 15 mm. La métrologie de toutes les éprouvettes a été vérifiée à l'aide d'une Machine à Mesurer Tridimensionnelle (MMT). Les mesures de diamètre ont été utilisées pour la détermination de la contrainte ingénieur (F/S_0)

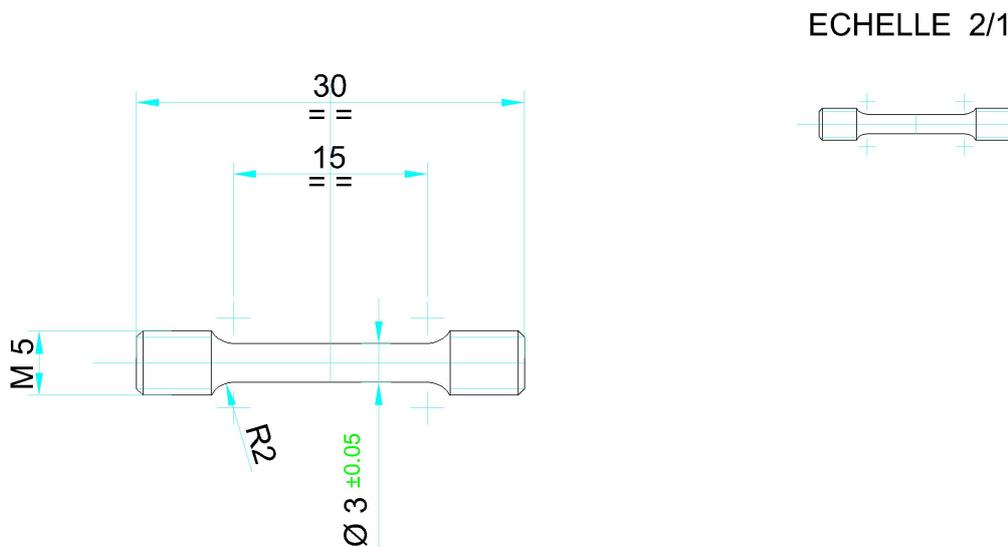


FIGURE A.126 – Plan de l'éprouvette de traction axisymétrique utilisée pour les essais. Source : CEA

4.2 Points particuliers de la courbe de traction

Lors de l'essai, la variation de l'allongement de l'éprouvette est mesurée en fonction de la charge appliquée. La courbe obtenue présente trois parties :

- Une première partie où le matériau se déforme de manière élastique et où la relation charge-allongement est une relation linéaire. $\sigma = E\epsilon$

- Une fois la limite d'élasticité dépassée, le matériau se déforme plastiquement de manière homogène, le diamètre de l'éprouvette diminue de manière uniforme.
- Enfin la déformation se localise en un point de l'éprouvette jusqu'à sa rupture, l'éprouvette entre en striction.

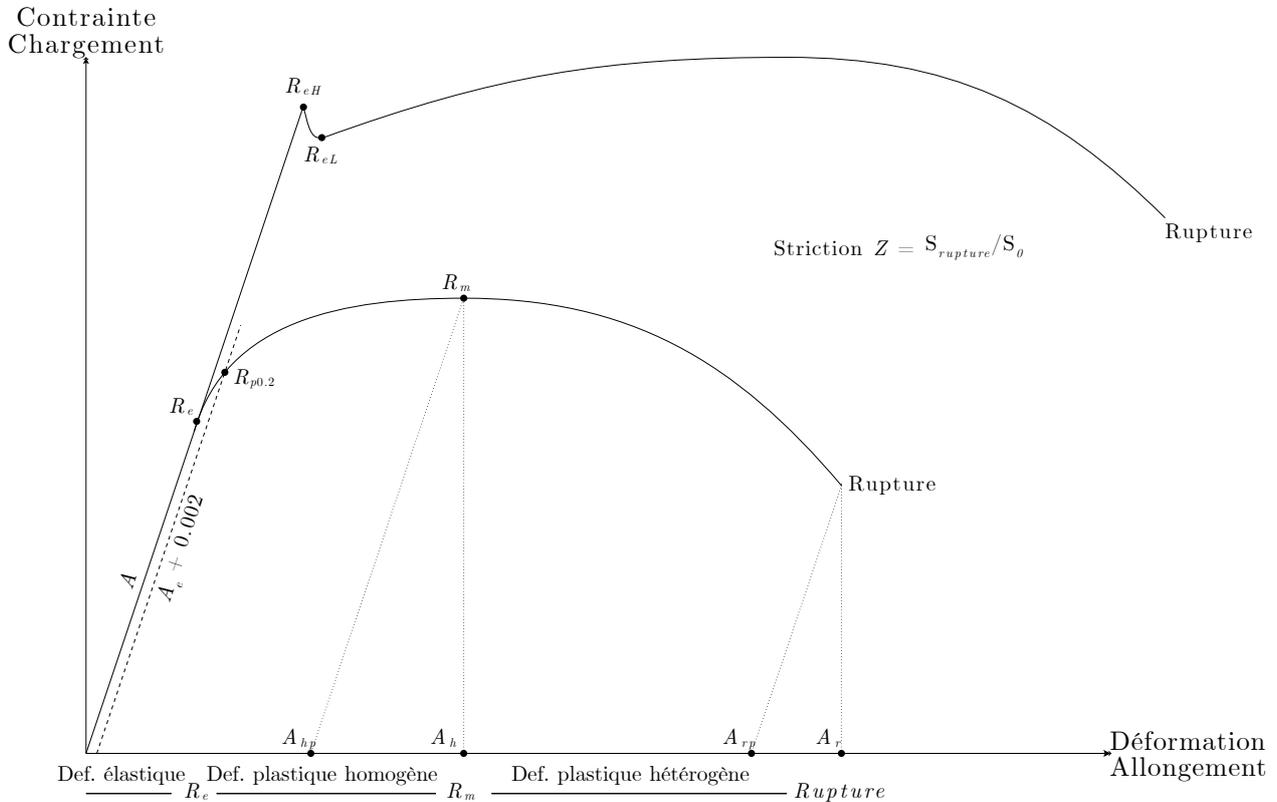


FIGURE A.127 – Courbe de traction type. La courbe basse est typique des hautes températures, la courbe haute des basses températures.

Les courbes de traction présentées dans cette étude sont tracées en fonction de l'allongement relatif A et de la contrainte nominale Σ (également appelée « contrainte conventionnelle ») :

$$\begin{aligned} A(t) &= \frac{l(t)}{l(t=0)} \\ \Sigma(t) &= \frac{F(t)}{S(t=0)} \end{aligned} \quad (\text{A.1})$$

Où $l(t)$ est la longueur de l'éprouvette à l'instant t , $S(t)$ la surface de la section de l'éprouvette (dans le cas d'une déformation homogène, sinon la section dépend également de la position suivant l'axe de l'éprouvette) et $F(t)$ la charge appliquée à l'éprouvette. Si l'on considère la mesure de l'allongement via la mesure du déplacement traverse, $l(t=0)$ est fixé à la longueur utile de l'éprouvette. Dans le cas de la mesure via extensomètre, $l(t=0)$ est égale à longueur de jauge de l'extensomètre fixé sur l'éprouvette avant le début de l'essai et après la mise en tension.

On peut déterminer à partir de la courbe les caractéristiques en traction suivantes que l'on retrouve également sur la figure A.127 :

- La limite d'élasticité à 0,2 conventionnelle entre la partie élastique et la partie plastique à 0,2 % de déformation plastique ($Rp_{0,2}$) : Cette grandeur définit une limite conventionnelle entre la partie élastique et la partie plastique de la courbe.
- Les limites hautes (crochet de traction) R_{eH} et basse (palier de Lüders) R_{eL} : à basse température, on peut observer un palier en fin de déformation élastique. On définit R_{eH} et R_{eL} comme le maximum et le minimum local de la courbe dans cette zone. Comme nous pouvons le voir sur les courbes expérimentales, la différence entre $Rp_{0,2}$ et R_{eL} est petite, ce qui nous conduit à ne présenter que les résultats de $Rp_{0,2}$, indépendamment de la présence d'un palier de Lüders.
- La résistance maximale à la traction (R_m) : Maximum de contrainte nominale que le matériau peut subir en se déformant de manière macroscopiquement homogène (pas de striction).
- Allongement homogène (A_h) : Allongement total au R_m . A_{hp} : allongement homogène auquel a été retirée la partie élastique.
- Allongement à rupture (A_r) : Allongement total à rupture. A_{rp} : allongement à rupture auquel a été retirée la partie élastique résultant des rigidités de l'éprouvette et des lignes de la machine d'essai.
- La striction à rupture (Z %) est le rapport entre la surface à rupture et la surface initiale de l'éprouvette et donne une mesure de la ductilité du matériau. Elle est déterminée par la détermination de surface du faciès à rupture à l'aide d'une macrographie et la détermination de la section de l'éprouvette avant essai est faite à partir de la mesure du diamètre de l'éprouvette.

La striction à rupture (Z %) est le rapport entre la surface à rupture et la surface initiale de l'éprouvette et donne une mesure de la ductilité du matériau. Elle est déterminée par la détermination de surface du faciès à rupture à l'aide d'une macrographie et la détermination de la section de l'éprouvette avant essai est faite à partir de la mesure du diamètre de l'éprouvette.

4.3 Résultats expérimentaux

4.4 Refroidissement à $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$

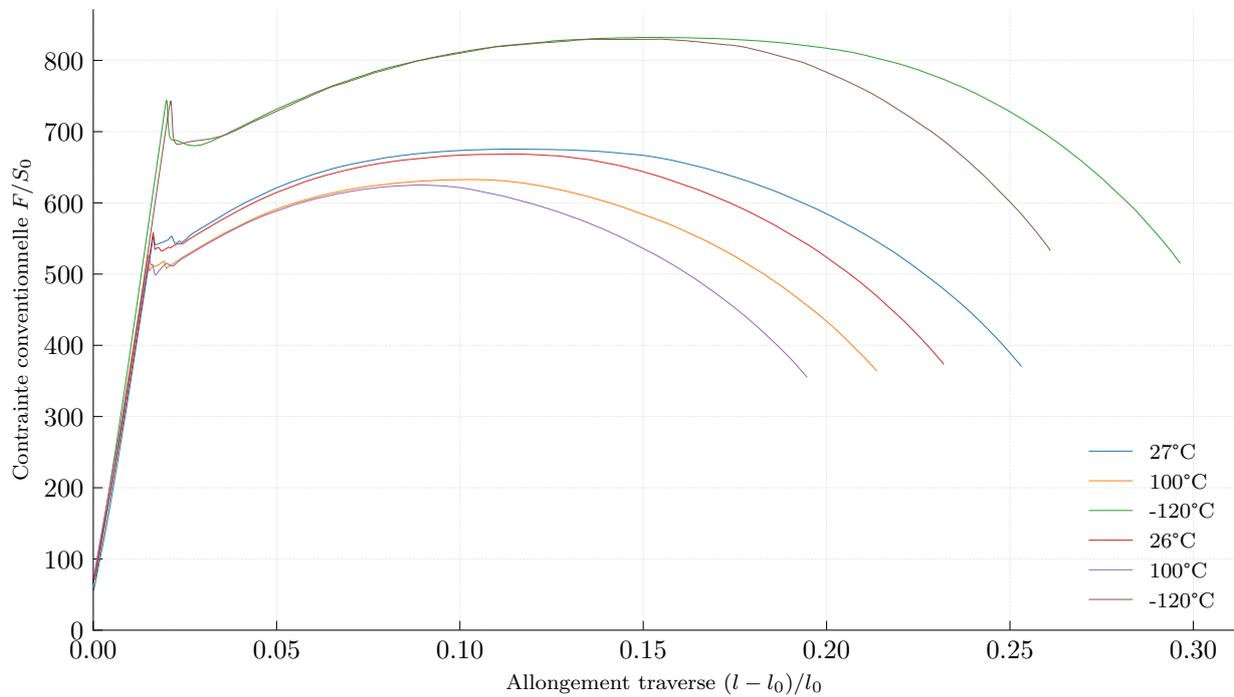


FIGURE A.128 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $8000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 h , $K = 18.26$.

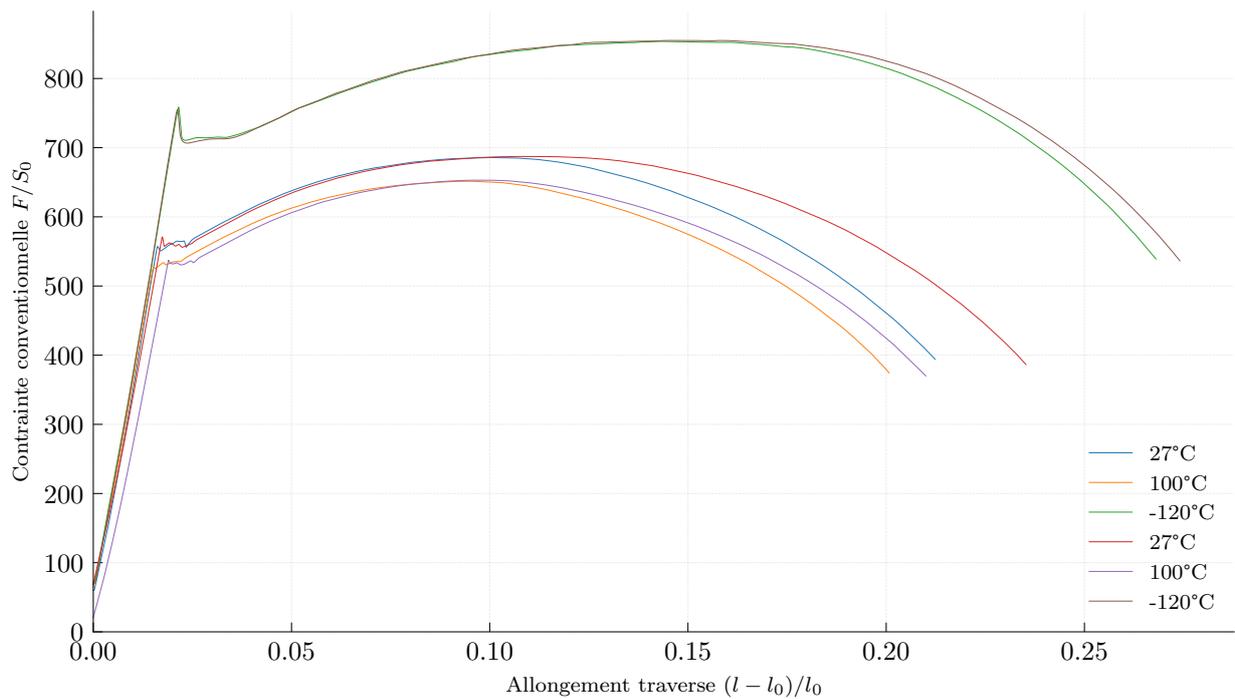


FIGURE A.129 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 610°C -6 h, $K = 19.25$.

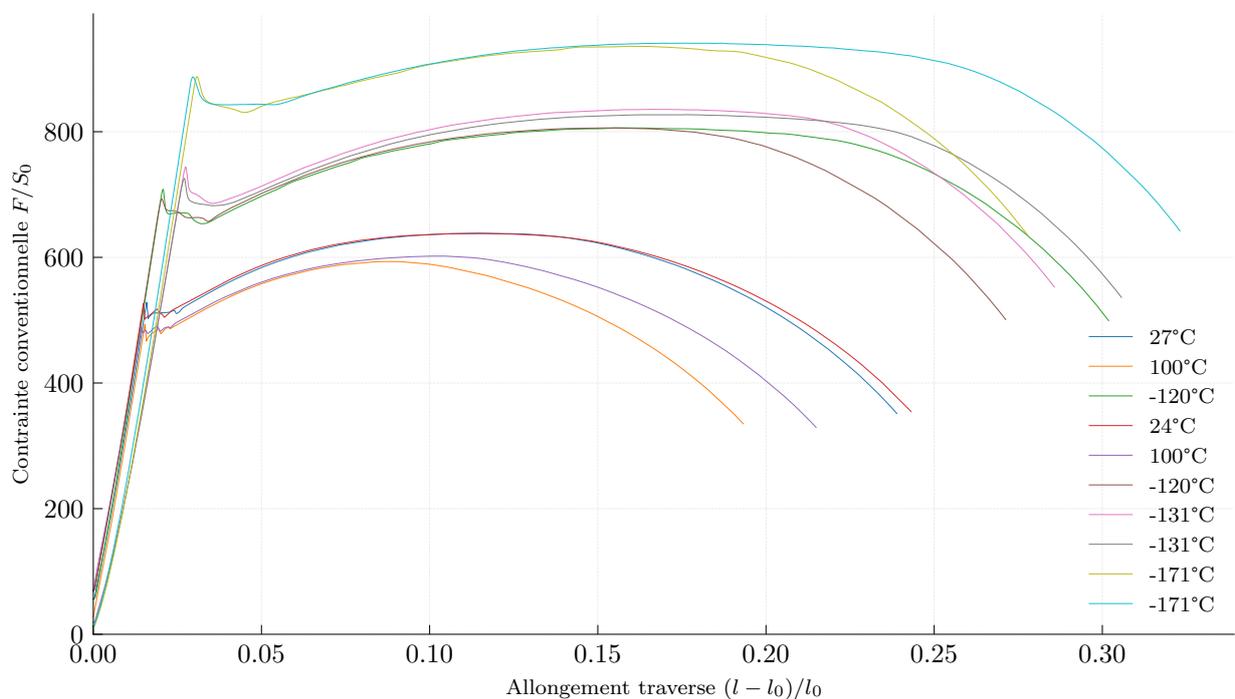


FIGURE A.130 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640°C -6 h, $K = 19.90$.

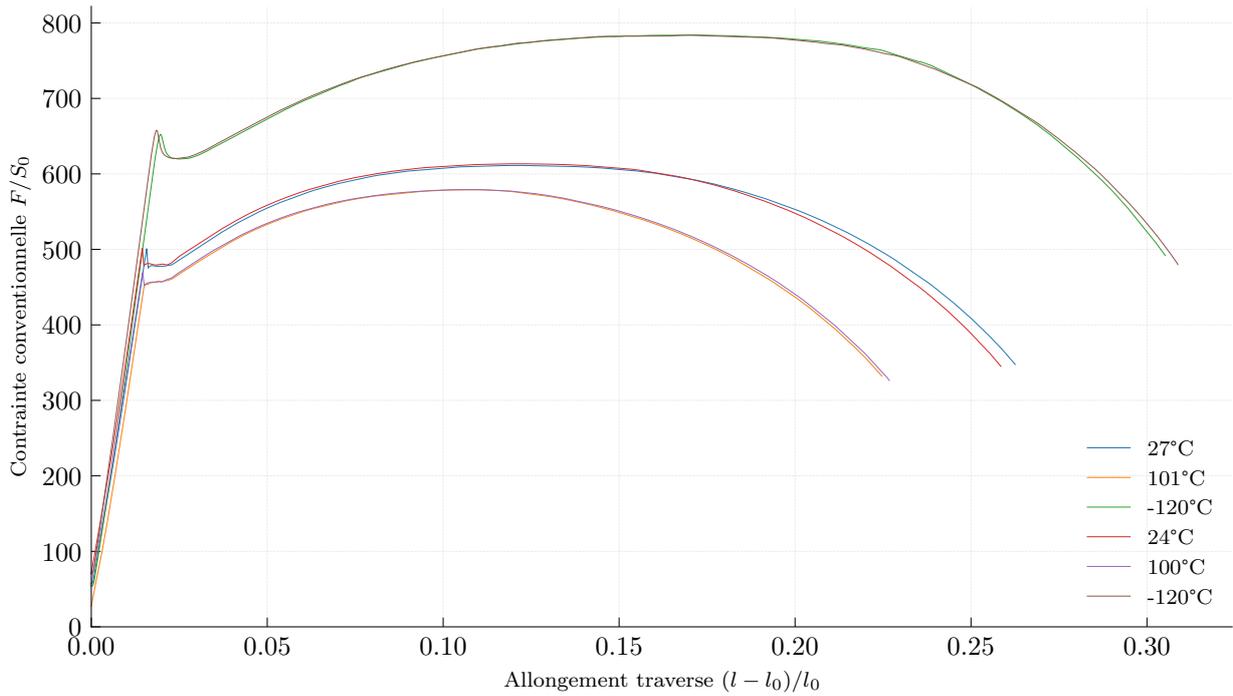


FIGURE A.131 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 660°C -6 h, $K = 20.33$.

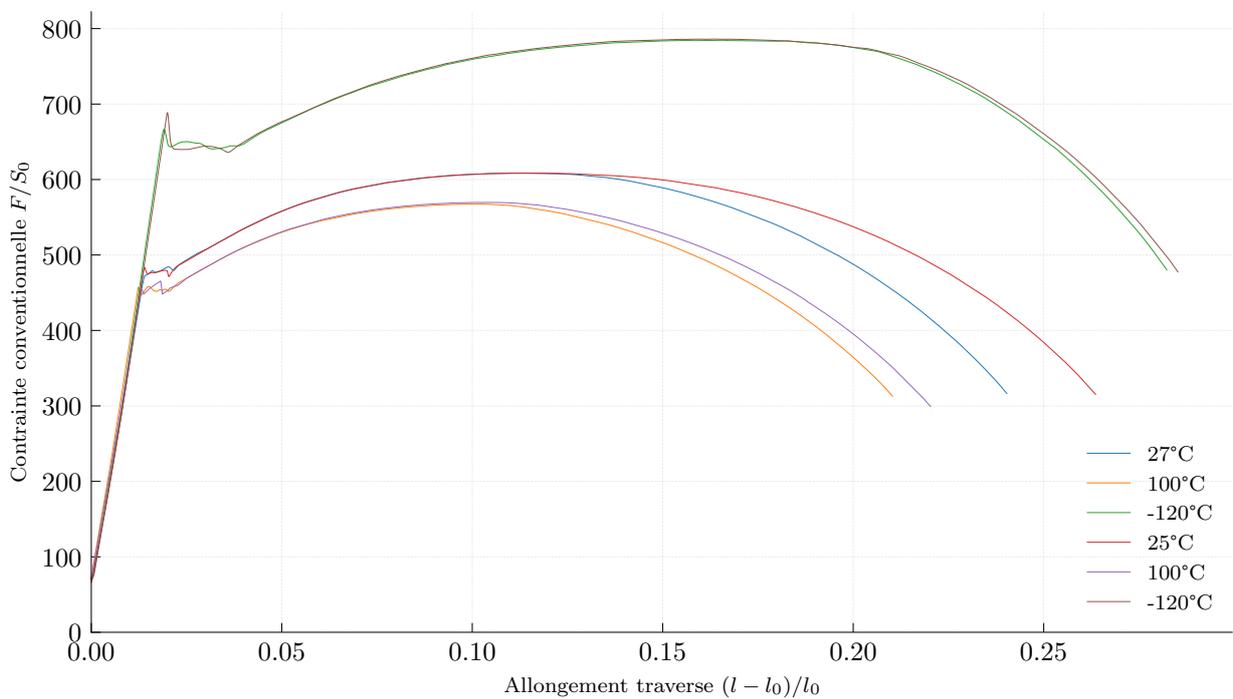


FIGURE A.132 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $8000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ - 640°C -20 h, $K = 21.00$.

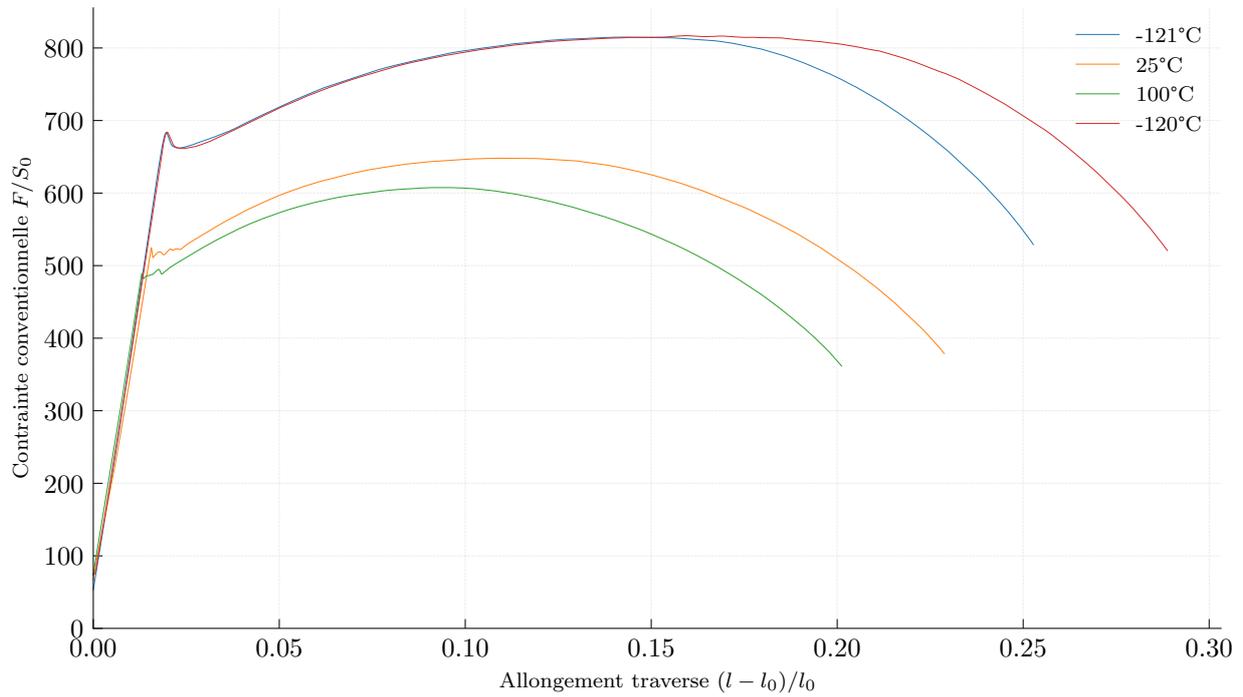
4.5 Refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ 

FIGURE A.133 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 h , $K = 18.26$.

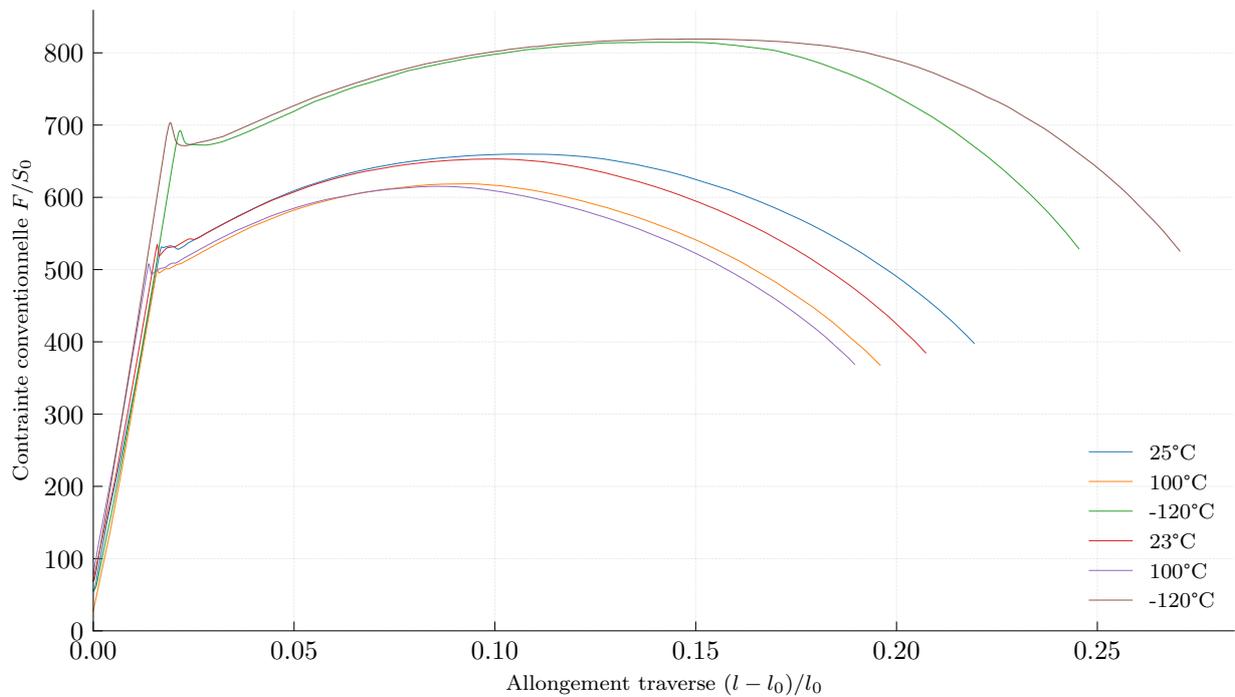


FIGURE A.134 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – $610\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 6 h , $K = 19.25$.

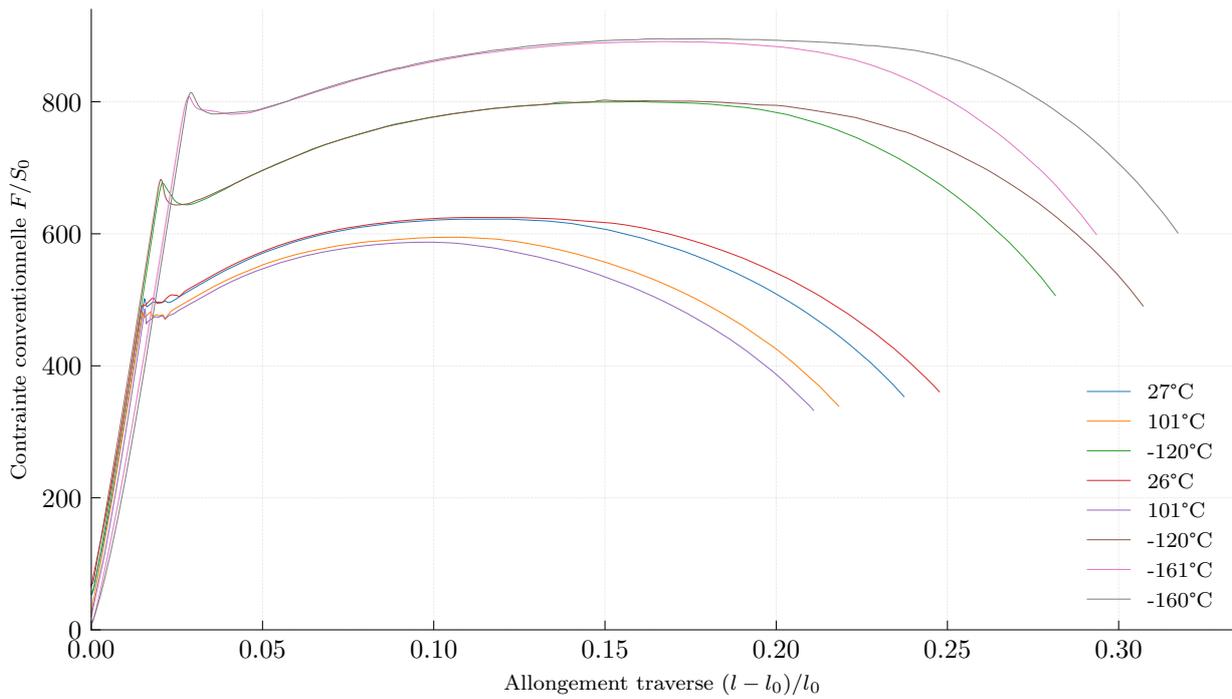


FIGURE A.135 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C – 6 h , $K = 19.90$.

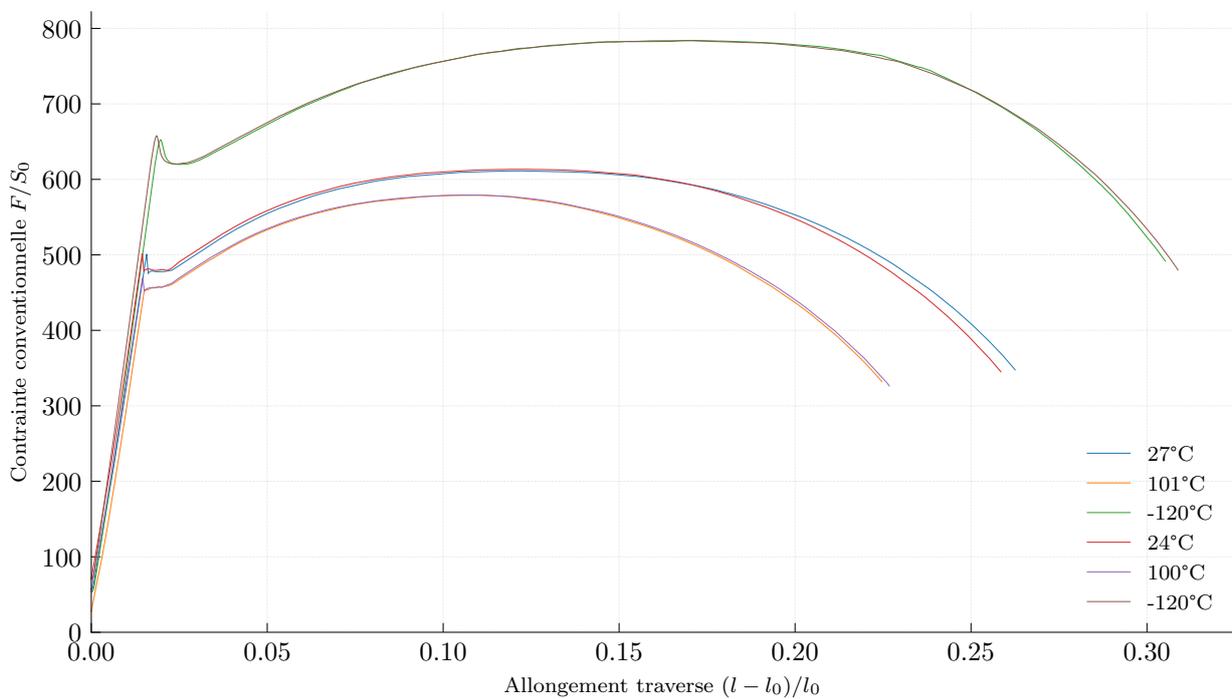


FIGURE A.136 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C – 6 h , $K = 20.33$.

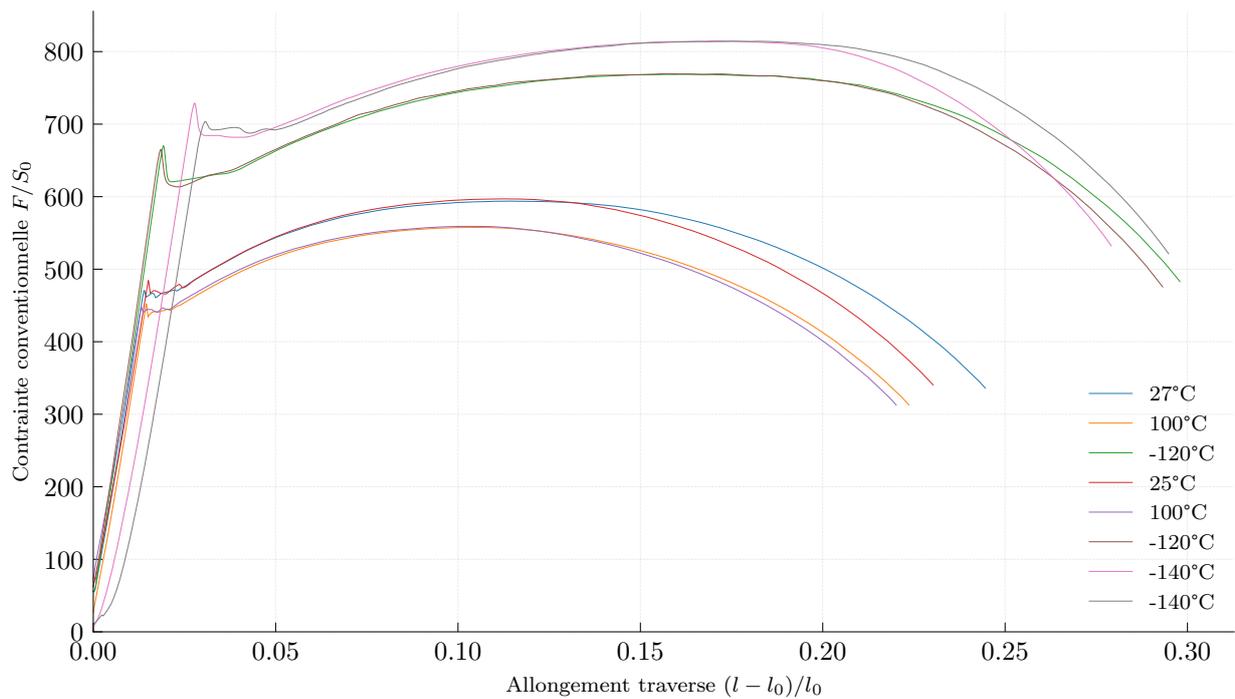


FIGURE A.137 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $2000^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C – 20 h , $K = 21.00$.

4.6 Refroidissement à $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$

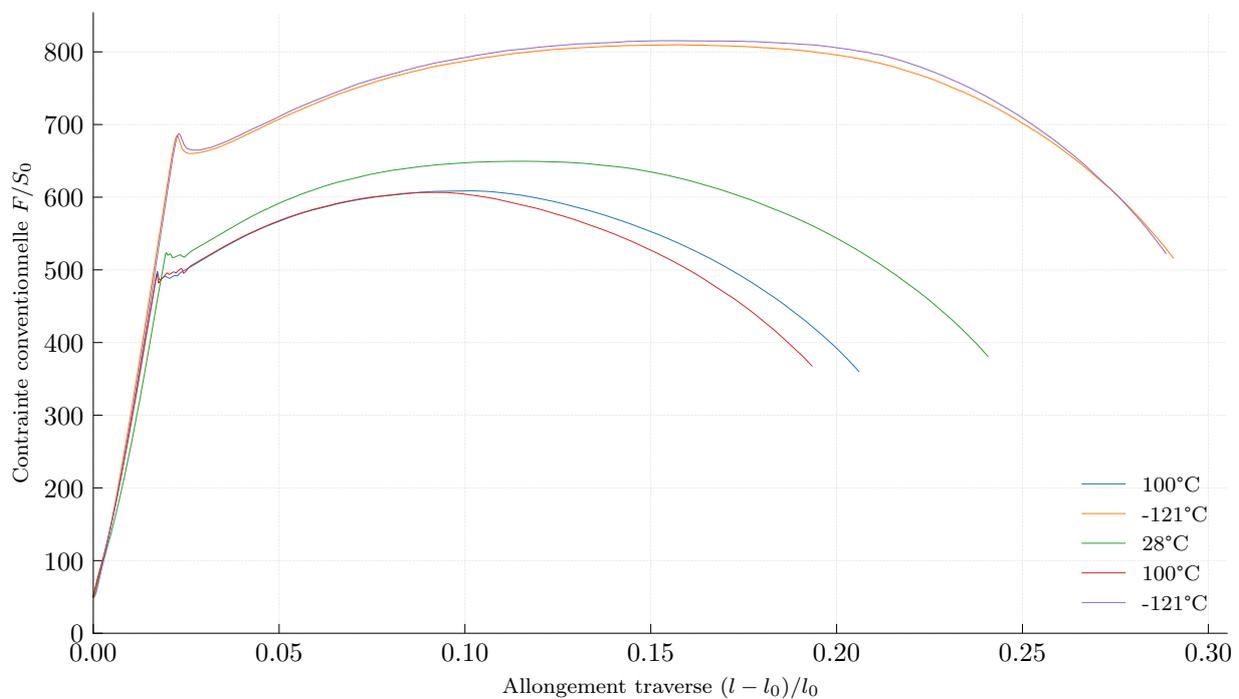


FIGURE A.138 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 610°C – 6 h , $K = 19.25$.

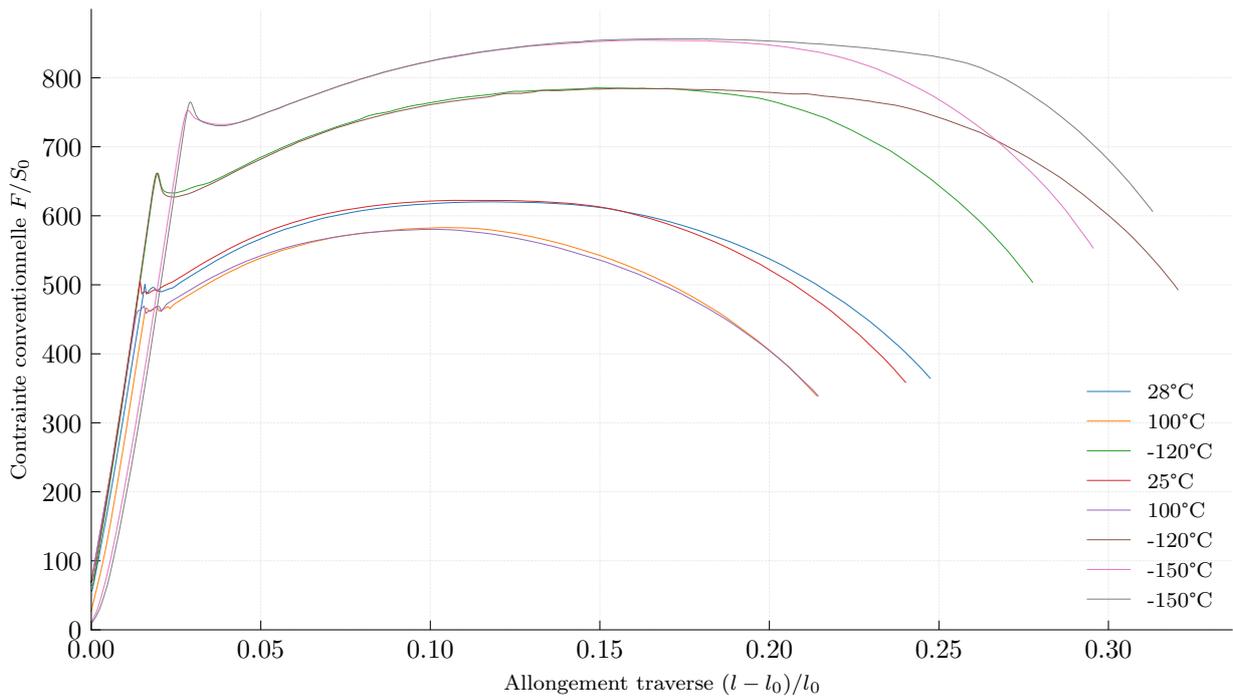


FIGURE A.139 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C – 6h , $K = 19.90$.

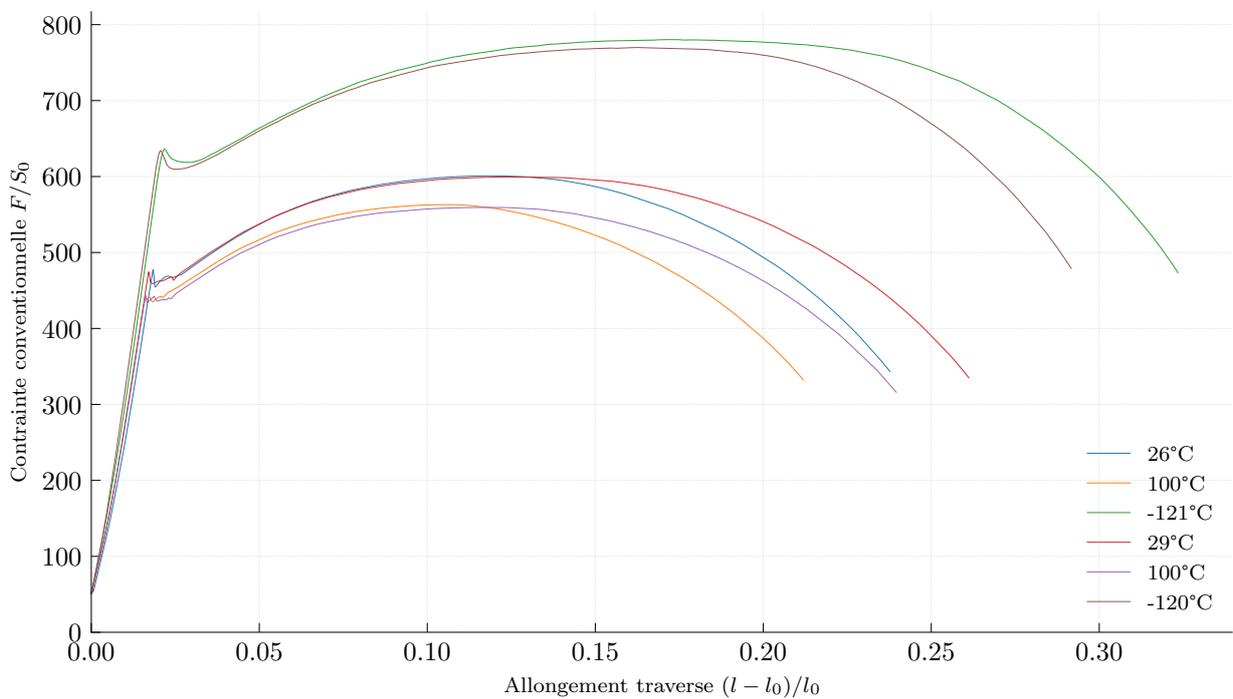


FIGURE A.140 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C – 6h , $K = 20.33$.

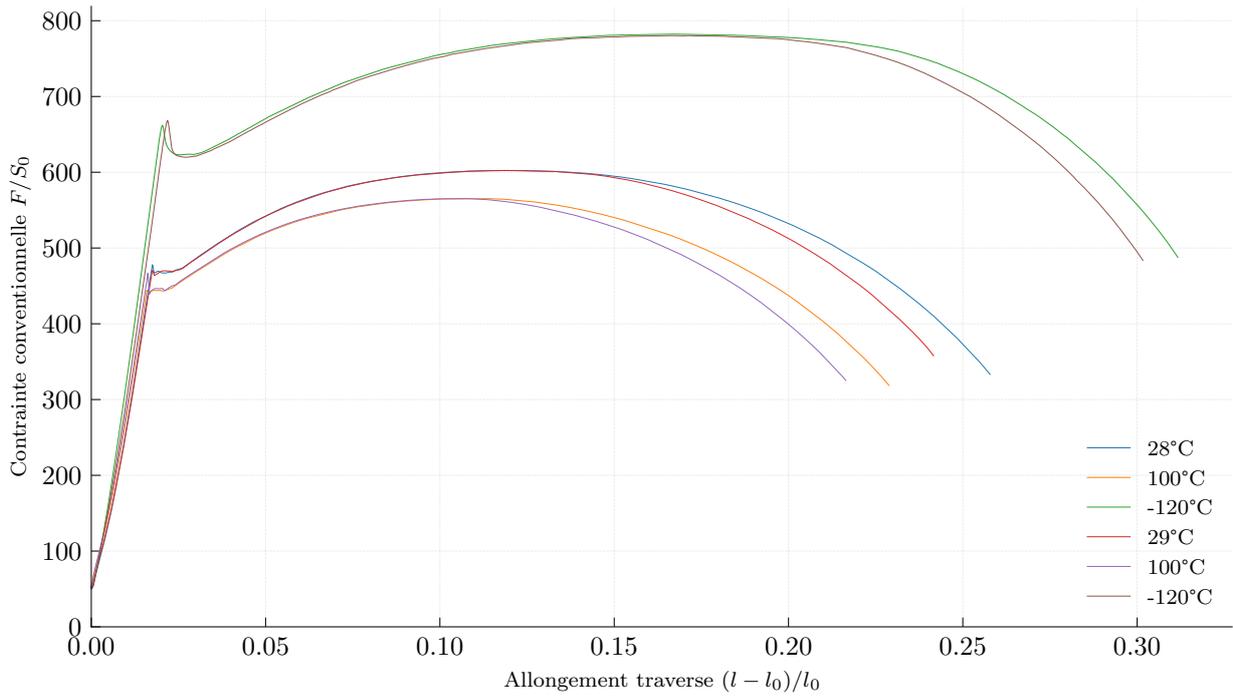


FIGURE A.141 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $800^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C – 20 h , $K = 21.00$.

4.7 Refroidissement à $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$

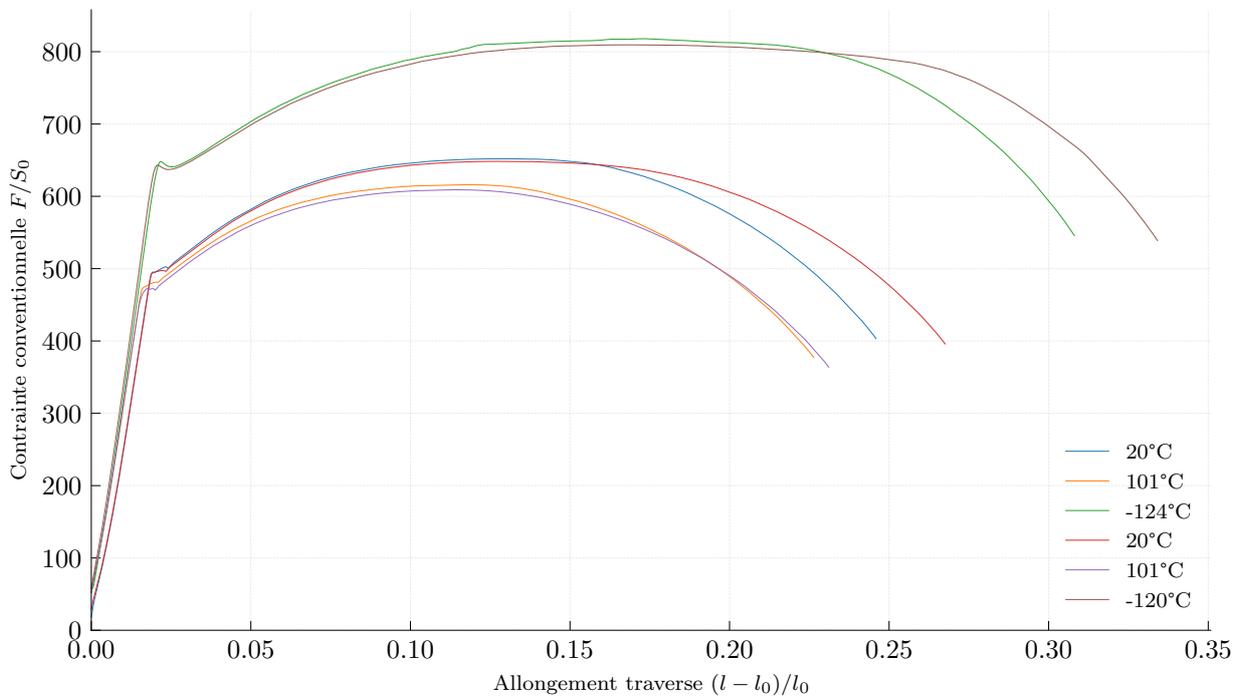


FIGURE A.142 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $150^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 610°C – 6 h , $K = 19.25$.

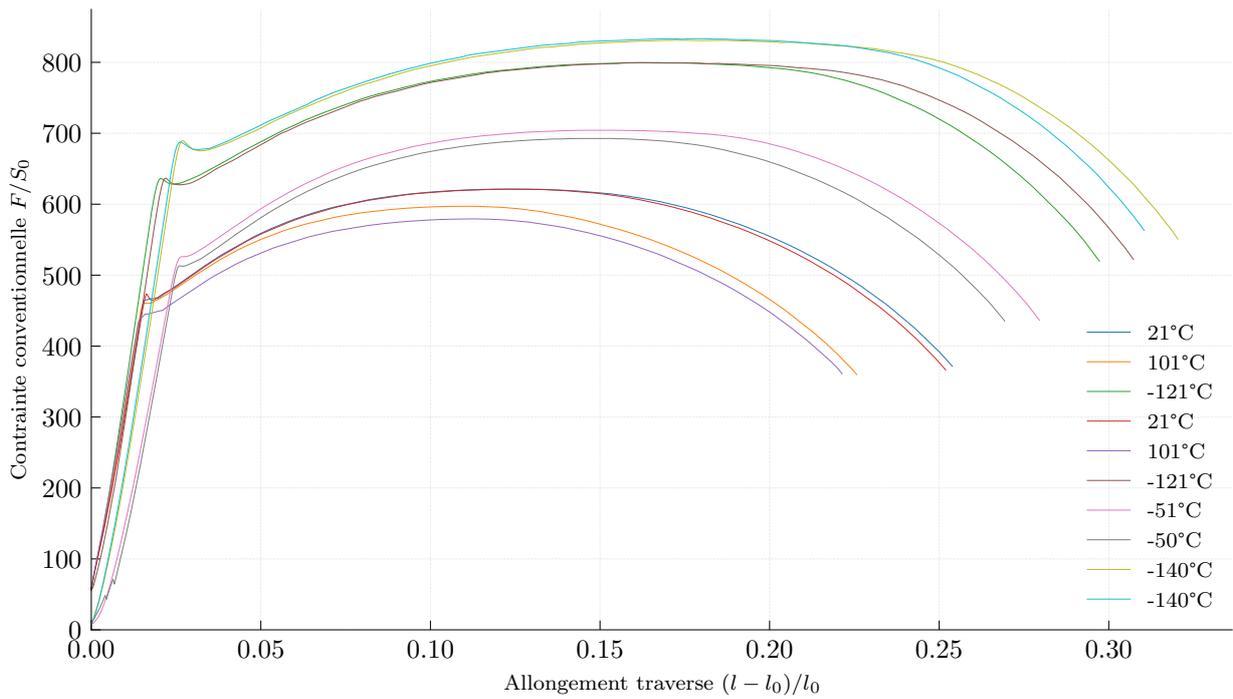


FIGURE A.143 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –6 h, $K = 19.90$.

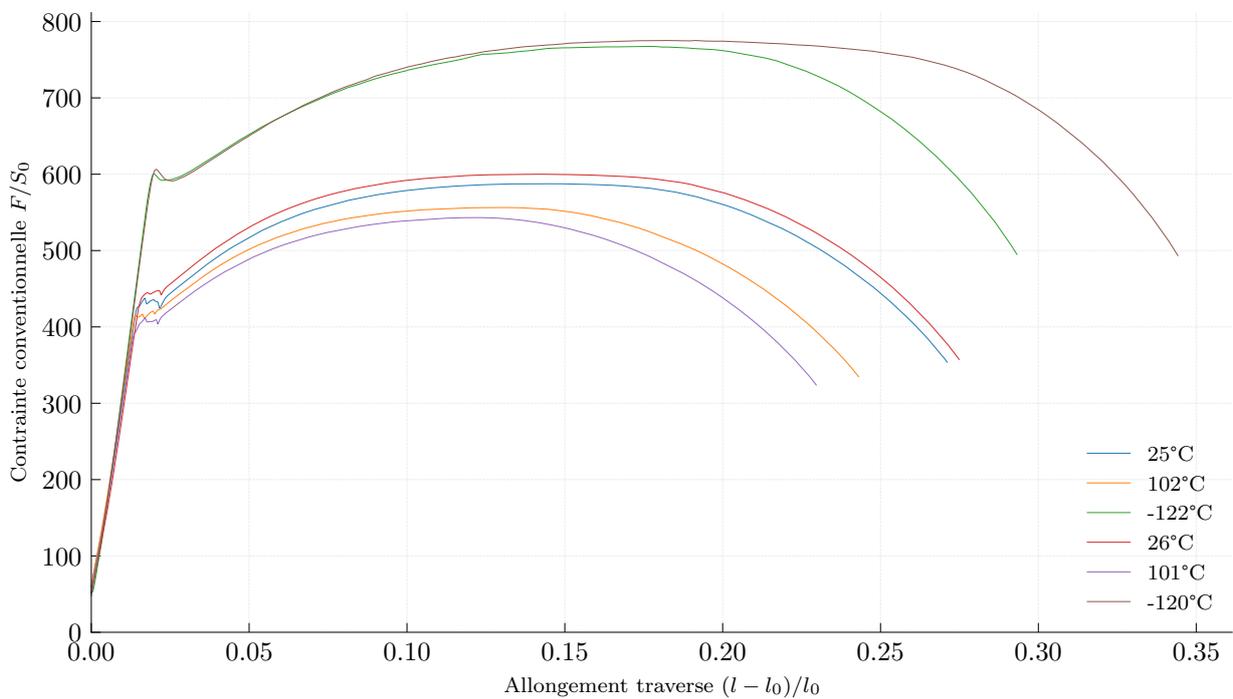


FIGURE A.144 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 660°C –6 h, $K = 20.33$.

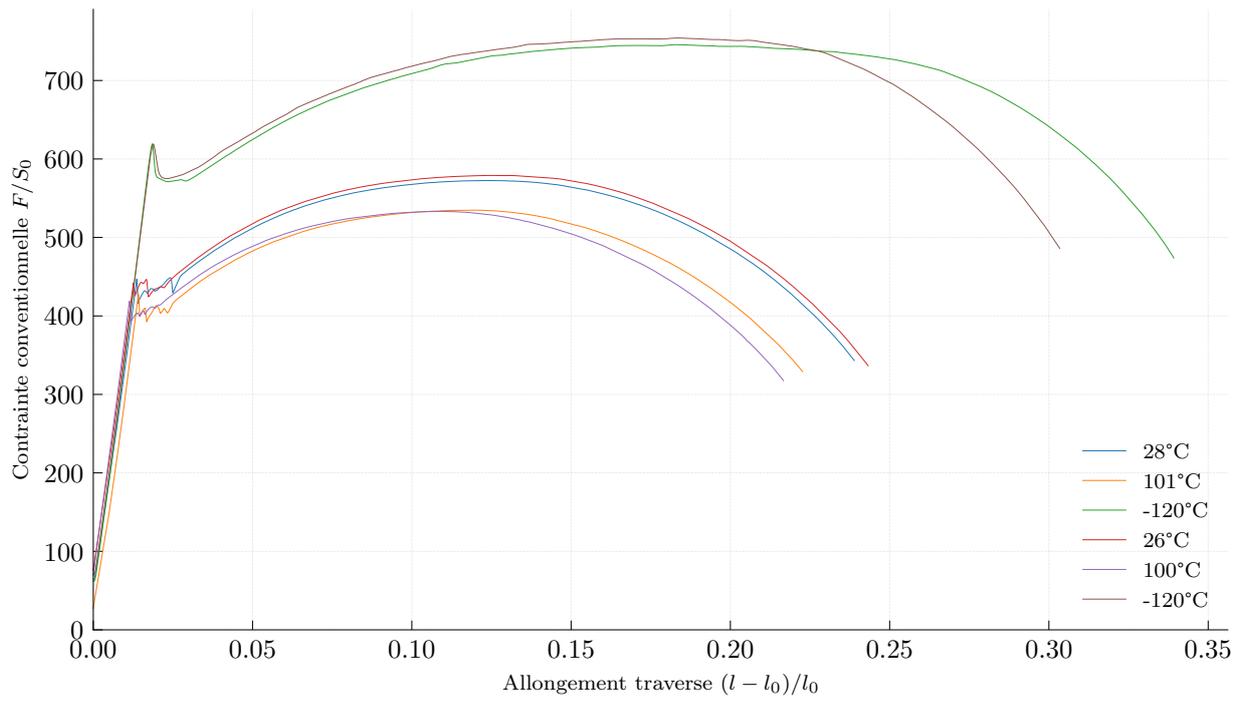


FIGURE A.145 – Faisceau de courbes de traction. Traitement thermique : $150^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ – 640°C –20 h, $K = 21.00$.

5 Méthodologie d'étude de la dureté du matériau

La dureté des microstructures étudiées a été évaluée dans de nombreux cas. La méthode expérimentale commune à toutes ces mesures est détaillée dans cette section.

La dureté Vickers avec une charge de 200 g (HV0.2) a été employée de manière systématique. L'indenteur utilisé est de forme pyramidale à base carrée en diamant. Les essais ont été réalisés sur une machine Buehler Wilson VH3300. La charge choisie est communément utilisée pour le matériau d'étude et permet donc de comparer les résultats obtenus à ceux des études précédentes.

Les cartographies des microstructures comportent chacune 3844 points de manière à couvrir la quasi-intégralité de la section de l'éprouvette de résilience. Les empreintes de dureté de toutes les cartographies de dureté présentées dans ce manuscrit sont espacées de 150 μm . Le choix de cette taille de pas permet d'observer les variations de dureté relatives aux microségrégations du matériau (la distance caractéristique inter-ségrégations est de 200 à 300 μm environ). Par ailleurs, la taille de grains austénitique du matériau est comprise entre 20 et 40 μm et, au regard des microstructures envisagées (bainite, ferrite et martensite), la taille de l'empreinte avec un indenteur Vickers sous 200 g est d'environ 50 μm . La charge choisie permet donc de mesurer la dureté du matériau polycristallin tout en permettant l'observation ses variations locales liées aux ségrégations.

6 Méthode pour les essais de dilatométrie et de tracé du diagramme TRC

Les mesures de dilatométrie ont été faites sur des échantillons de dimensions $2 \times 2 \times 12\text{mm}^3$. La longueur de l'éprouvette est suivant la direction L . Les petites dimensions des éprouvettes garantissent une faible inertie thermique donc une réponse en dilatation correctement couplée avec la température. Le dilatomètre ADAMEL DT1000 modifié par AET Technologies, du laboratoire LA2M au CEA a été utilisé pour les essais. Dans ce montage, la mesure de la dilatation est faite par le biais d'un poussoir en silice couplé à un capteur de déplacement inductif. La température est mesurée sur l'échantillon directement à l'aide d'un thermocouple K. Tous les essais ont eu lieu en atmosphère d'Hélium. L'enceinte est chauffée par des lampes halogènes et refroidie par introduction d'hélium refroidi (par azote liquide dans le cas des vitesses de refroidissement rapides comme $100^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ ou $50^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$). La plage de vitesses de refroidissement disponibles s'étend de $0,003^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ à $200^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ sur des températures pouvant aller de -150°C à 1350°C .

Dans le contexte de l'étude, les éprouvettes ont subi le cycle thermique suivant :

- Chauffage à $10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ jusqu'à 880°C .
- Maintien à 880°C pendant 10 min.
- Trempe aux différentes vitesses indiquées sur le diagramme TRC. Nous avons pu vérifier par EBSD que la taille de grain après ce cycle thermique était de l'ordre de $20\ \mu\text{m}$.

Les températures de début et de fin de transformation ont été déterminées sur les courbes d'allongement en fonction de la température. Dans certains cas, il a été observé un changement de pente sans que l'on puisse observer l'inflexion caractéristique d'une transformation. Les températures auxquelles ont lieu ces changements de pente ont été marqués par des cercles sur le diagramme TRC dans la mesure où nous avons considéré qu'ils étaient la marque d'une transformation faiblement présente. La figure suivante illustre ce type de changement de pente ainsi que le cas habituel de transformation sur une courbe dilatométrique.

Résumé graphique de l'analyse pour l'essai M1805 à 15.0

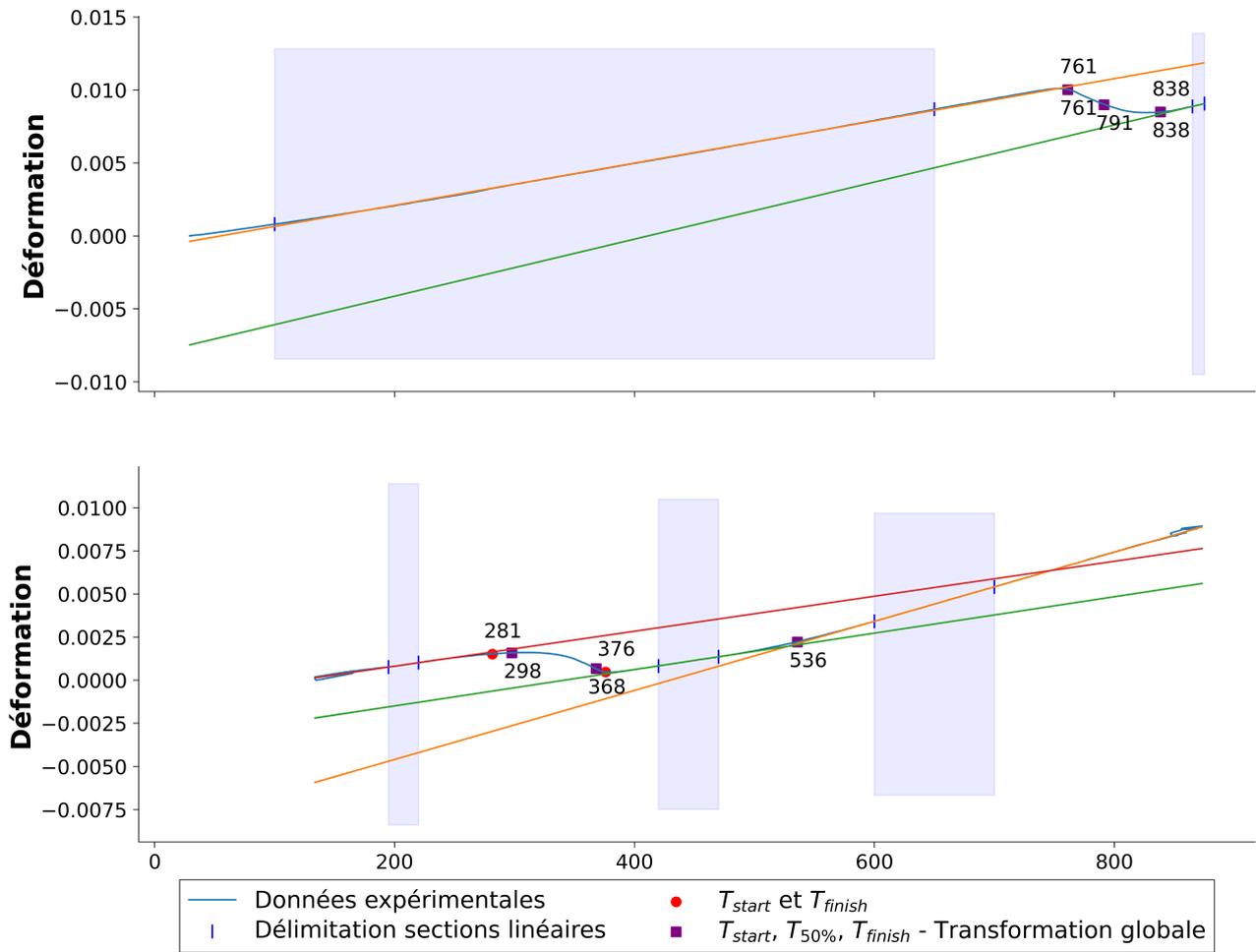


FIGURE A.146 – Exemple de courbe de dilatométrie et dépouillement associé.

7 Etude convergence du calcul par éléments finis des essais sur éprouvettes de traction entaillées

Afin de valider le choix de la taille de maille du maillage, l'effet de la taille du plus petit élément et donc de taille du maillage, situé au niveau de l'entaille, a été étudié. Les calculs ont été menés pour le traitement thermique avec un refroidissement à $2000\text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ et un revenu à $640\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 6 h. Les tailles de maille étudiées vont de $10\text{ }\mu\text{m}$ à $250\text{ }\mu\text{m}$ par pas de $5\text{ }\mu\text{m}$. Ces deux maillages extrêmes sont données sur la figure A.147. La figure A.148 donne les variations de la réponse macroscopique (courbe contrainte nominale en fonction de la réduction diamétrale). La réponse macroscopique converge au fur et à mesure que la maille s'affine.

De même, La figure A.149 donne les variations de contraintes au niveau de la section minimale, au dernier pas de calcul, en fonction des différentes tailles de maille et l'on observe également une convergence du résultat du calcul avec la diminution de la taille de maille. La taille de maille choisie, de $20\text{ }\mu\text{m}$, permet de bien représenter les réponses macroscopiques (courbe contrainte nette/réduction diamétrale) et locales (profil de la contrainte principale sur la section minimale) de l'éprouvette lors de l'essai au vu des résultats présentés.

Les marches observées sur les figures correspondent à l'ajout d'une rangée d'éléments au fur et à mesure que la taille de maille change.

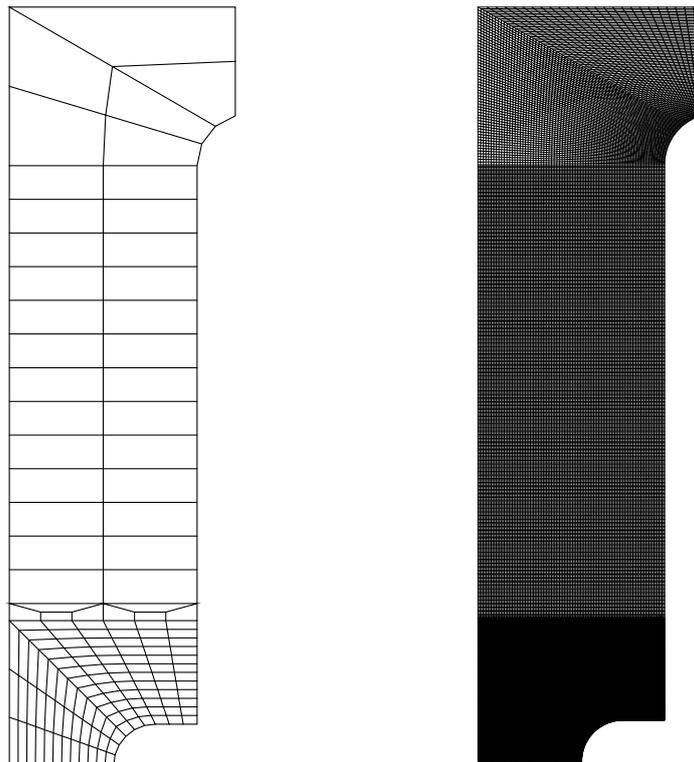


FIGURE A.147 – Comparaison des deux maillages extrêmes utilisés pour l'étude paramétrique. La taille de maille minimale est de $10\text{ }\mu\text{m}$ et la taille maximale est de $250\text{ }\mu\text{m}$.

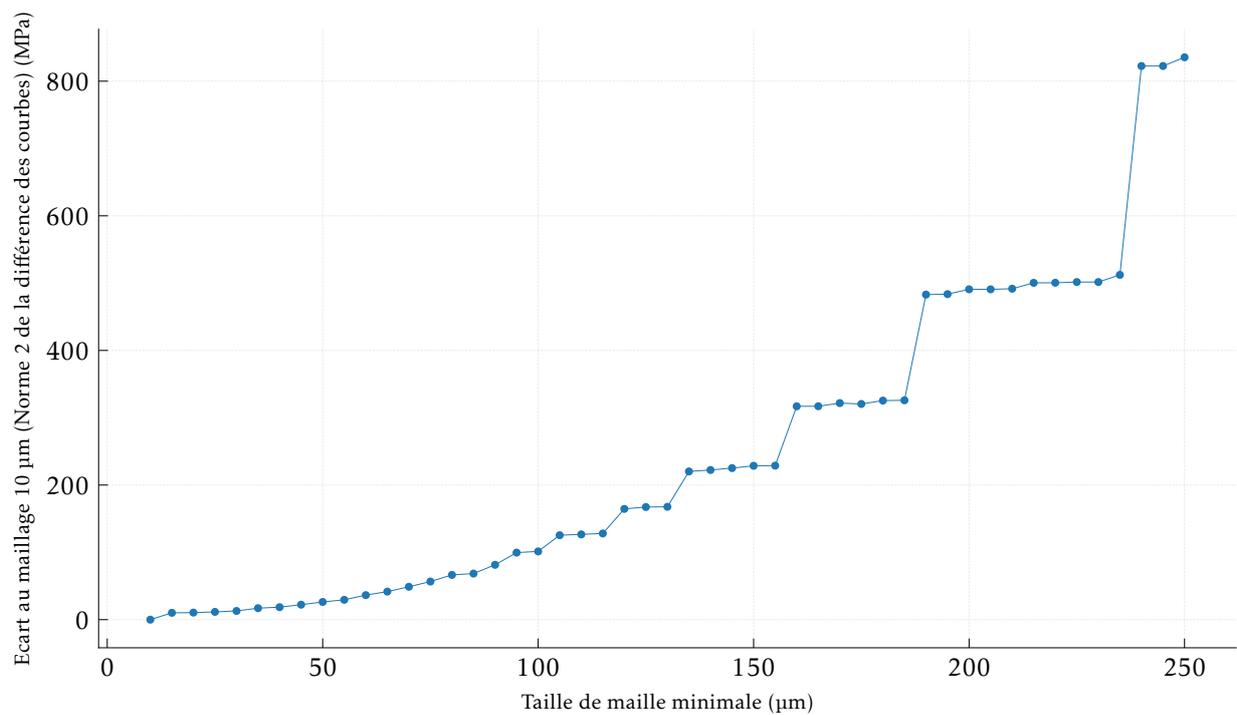
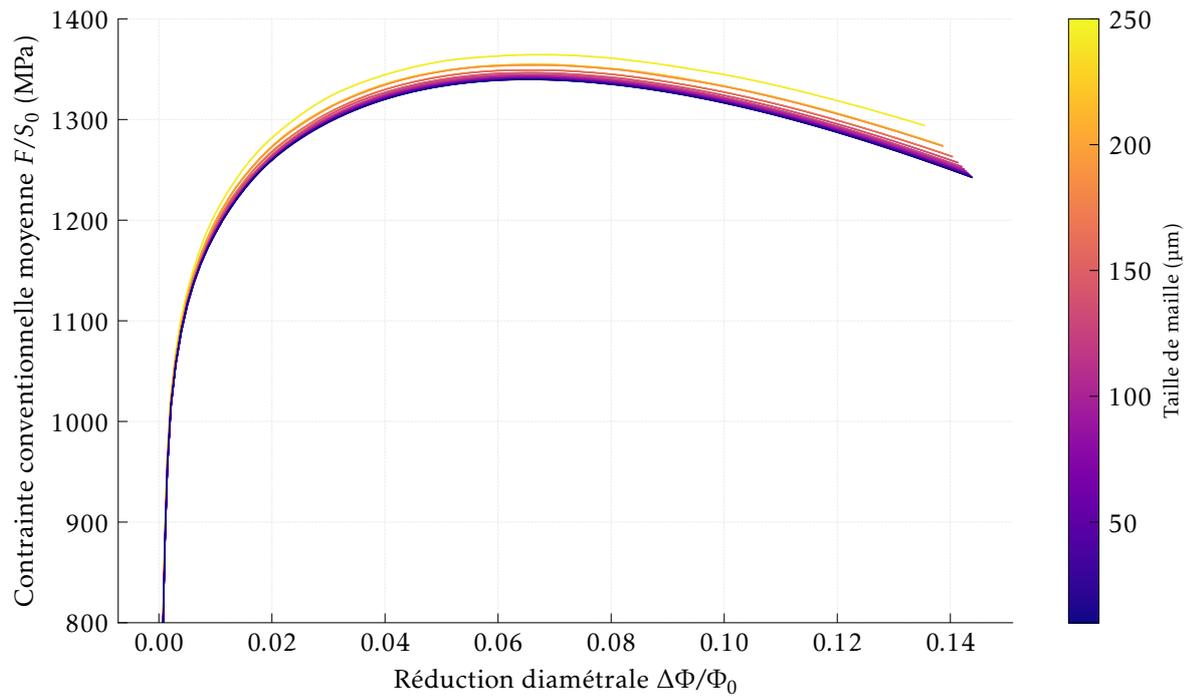


FIGURE A.148 – Contrainte conventionnelle moyenne en fonction de la réduction diamétrale au dernier pas de calcul en fonction de la taille de maille. Norme 2 de la différence avec la courbe du maillage le plus fin en fonction de la taille de maille.

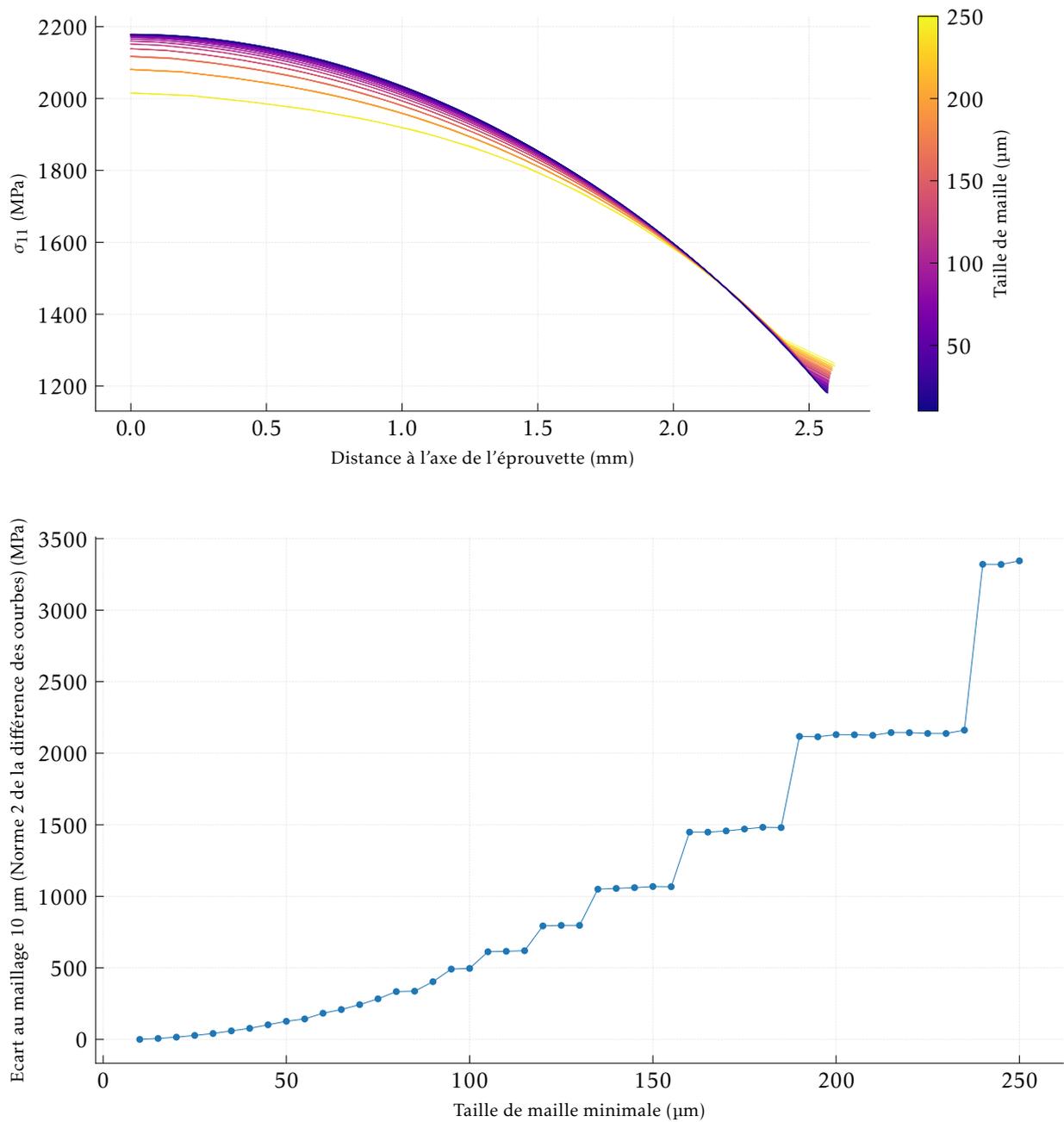


FIGURE A.149 – Variations de la contrainte principale en fonction de la position diamétrale en fonction de la taille de maille. Norme 2 de la différence avec la courbe du maillage le plus fin en fonction de la taille de maille.

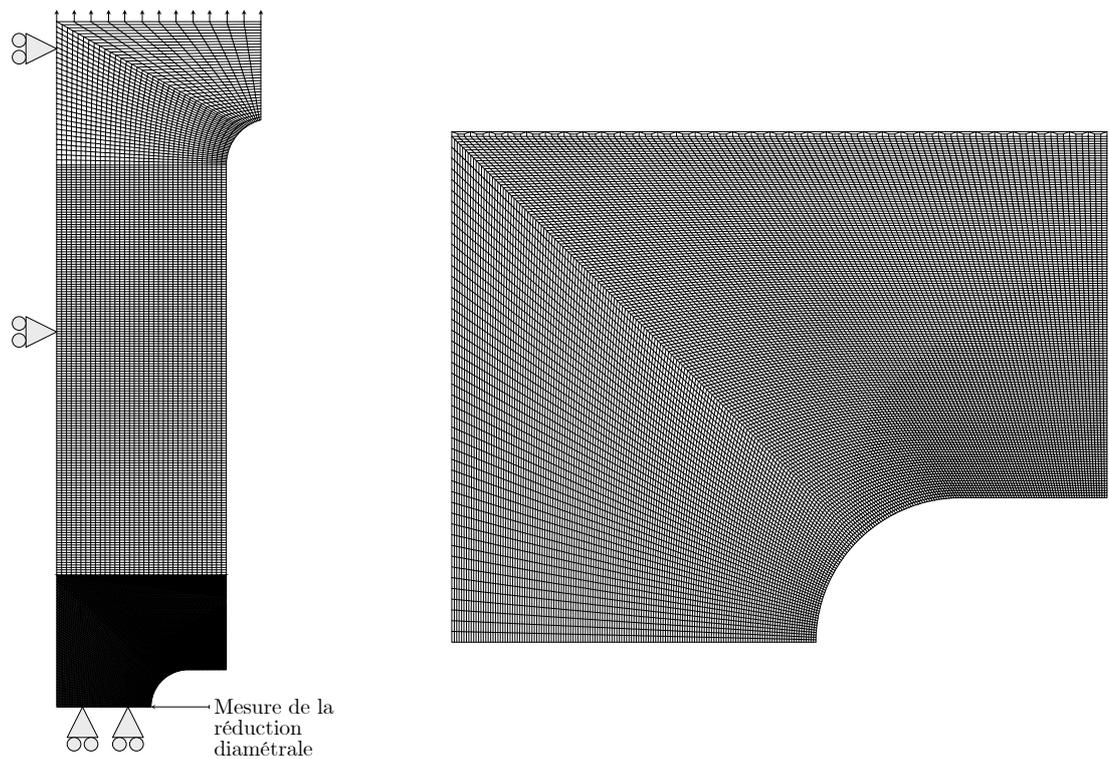


FIGURE A.150 – Maillage utilisé pour simuler les essais sur éprouvette de traction entaillée. La section minimale mesure 3 mm de rayon. La taille de maille minimale est de 20 μm . Le déplacement des points du maillage est restreint au plan.

Bibliographie

- ASTM-E1921-02 (1997). *Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in the Transition Range* (cf. p. 323).
- FRANÇOIS, Dominique (2007). « Essais de mesure de la ténacité - Mécanique de la rupture ». *Techniques de l'ingénieur*, p. 25 (cf. p. 323).
- OLDFIELD, W (1975). « Curve Fitting Impact Test Data : A Statistical Procedure ». *ASTM Stand. News ; (United States)* 3 :11 (cf. p. 280).
- TODINOV, M.T. (1999). « Fitting Impact Fracture Toughness Data in the Transition Region ». *Materials Science and Engineering : A* 265.1-2, p. 1-6. DOI : [10.1016/S0921-5093\(99\)00013-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00013-1) (cf. p. 281).

Les composants épais des centrales à réacteurs à eau pressurisée (REP) comme la cuve ou le générateur de vapeur sont obtenus par forgeage et traitements thermiques à partir d'un lingot. À la fin de ce processus, le traitement thermique de qualité (TTQ) donne au composant ses propriétés finales. Les étapes typiques de ce traitement consistent en une austénitisation suivie d'une trempe et d'un revenu. Or les composants présentent une épaisseur importante (entre 100 et 700mm) qui entraîne l'apparition, durant la trempe, d'un fort gradient microstructural et donc de propriétés mécaniques, notamment des propriétés à rupture. Il n'existe pas, à l'heure actuelle, d'étude systématique pour un même matériau de la relation entre paramètres de traitement thermique, microstructure et propriétés à rupture dans le domaine fragile, pour les aciers faiblement alliés utilisés pour ces composants. Cette étude vient apporter des premiers éléments expérimentaux pour déterminer ce lien. Partant d'un matériau homogène d'origine industrielle, 18 traitements thermiques différents ont été réalisés en faisant varier à la fois vitesse de refroidissement après austénitisation, température et durée de revenu. Ces 18 microstructures ont été caractérisées en traction, en résilience et en ténacité. Des différences notables ont ainsi été mises en évidence : 75°C de différence maximale entre les températures de transition ductile-fragile et jusqu'à 70J de différence pour les énergies au palier ductile. La vitesse de refroidissement est identifiée comme le paramètre d'influence au premier ordre sur les propriétés mécaniques et à rupture. Le revenu permet de réduire les écarts de propriétés en traction entre les microstructures mais pas les écarts de propriétés à rupture. Certaines corrélations entre la striction et l'énergie absorbée au palier ductile ou entre la limite d'élasticité et la température de transition ont été révélées. Les contraintes critiques de clivage de certaines microstructures ont également été déterminées par une campagne d'essais sur éprouvettes de traction entaillées couplée à une analyse par éléments finis. Ces valeurs ont été comparées à celles estimées à partir d'essais de résilience au moyen d'une méthode simplifiée. Par une campagne de fractographie systématique sur toutes les éprouvettes rompues dans le domaine fragile, une typologie de sites d'amorçage commune à toutes les microstructures a été déterminée. L'amorçage se produit de manière prépondérante sur un carbure enrichi en manganèse et molybdène localisé à un joint et de taille moyenne 0,85 µm. C'est la première fois qu'une configuration d'amorçage générique a été directement mise en évidence pour une telle variabilité microstructurale. Ce résultat fournit de nouvelles bases pour la modélisation micromécanique de l'amorçage du clivage dans pour les aciers ferritiques trempés revenus.

MOTS CLÉS

Bainite, Clivage, Fractographie, Résilience

ABSTRACT

Thick components for pressurized water reactor (PWR) power plants, such as the pressure vessel or steam generator, are obtained by forging and heat treatment of an ingot. At the end of this process, the quality heat treatment (QHT) gives the component its final properties. Typical steps in this process include austenitizing, followed by quenching and tempering. However, these components are very thick (between 100 and 700mm), which means that during quenching, a steep microstructural gradient is created, which in turn affects mechanical properties, particularly fracture properties. There is currently no systematic study, for a single material, of the relationship between heat treatment parameters, microstructure and fracture properties in the brittle range, for the low-alloy steels used for these components. This study provides the first experimental evidence for determining this relationship. Starting from a homogeneous material of industrial origin, 18 different heat treatments were carried out, varying the cooling rate after austenitization, the tempering temperature and the tempering time. These 18 microstructures were characterized in terms of tensile strength, impact strength and toughness. Notable differences were revealed: 75°C maximum difference between ductile-fragile transition temperatures and up to 70J difference in ductile upper shelf energies. The cooling rate is identified as the first-order parameter influencing mechanical and fracture properties. Tempering reduces differences in tensile properties between microstructures, but not the differences in fracture properties. A number of correlations have been revealed between striction and the upper shelf energy, or between the yield strength and the transition temperature. The critical cleavage stresses of certain microstructures were also determined by a campaign of tests on notched tensile specimens coupled with finite element analysis. These values were compared with those estimated from impact tests using a simplified method. A systematic fractography campaign on all fractured specimens in the brittle domain revealed a typology of initiation sites common to all microstructures. Initiation occurs predominantly on a manganese and molybdenum enriched carbide located at a grain boundary and averaging 0.85 µm in size. This is the first time that a generic initiation pattern has been directly demonstrated for such microstructural variability. This result provides a new basis for micromechanical modeling of cleavage initiation in tempered ferritic steels.

KEYWORDS

Bainite, Cleavage, Fractography, Impact toughness