

## Etude expérimentale Le matériau

Dans ce chapitre on s'intéressera tout d'abord à la composition chimique et à la microstructure de l'acier ferritique de nuance 18MND5 (A533). Ensuite, un bilan global des essais expérimentaux sur ce matériau sera présenté ainsi que les nouveaux essais réalisés dans le cadre de la présente thèse. On détaillera la procédure expérimentale des essais mécaniques effectués qui comporte : la description, les conditions expérimentales et les mesures dépouillées de chaque essai. Finalement on terminera sur l'analyse des résultats expérimentaux en séparant nos conclusions par type d'éprouvette en distinguant entre les éprouvettes fissurées et les éprouvettes non fissurées.

### Le matériau

Le matériau de l'étude est un acier ferritique faiblement allié proche en termes de composition chimique à l'acier 16MND5 (A508) qui est l'acier type pour la fabrication des cuves des réacteurs à eau pressurisée. Il ne diffère de l'acier 16MND5 que par la teneur en carbone.

Cet acier est issu d'une tôle élaborée avec la coulée Creusot Loire n°3856 en 1995 selon les spécifications du (RCC-M, 2007) dans le cadre d'une collaboration entre EDF et l'institut MPA de Stuttgart sur l'effet de préchargement à chaud (Lefèvre and Barbier, 2000). Cette tôle de dimensions 2000 x 2000 x 200 mm<sup>3</sup> (en épaisseur) est laminée à chaud et est traitée thermiquement en trois étapes :

- Austénisation à 900°C pendant 6h, suivie par une trempe par immersion dans l'eau,
- Revenu à 635°C pendant 6h puis refroidissement à l'air libre,
- Détente à 615 °C pendant 16h puis refroidissement à l'air libre.

La composition chimique de cet acier est déterminée par Creusot Loire et par l'institut MPA (Lefèvre and Barbier, 2000) :

	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	S	P	Al	V
<b>Min</b>	0.175	1.470	0.219	0.652	0.177	0.492	0.084	0.003	0.006	0.017	<0.005
<b>Max</b>	0.189	1.510	0.225	0.659	0.179	0.507	0.085	0.003	0.006	0.016	<0.005
<b>Average</b>	0.182	1.490	0.222	0.655	0.178	0.499	0.084	0.003	0.006	0.016	<0.005

Tableau 1 : Composition chimique (% massique) de l'acier 18MND5 déterminée par Creusot Loire

	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	S	P	Al	V
<b>Average</b>	0.19	1.5	0.23	0.66	0.17	0.485	0.084	<0.001	0.004	0.011	0.004

Tableau 2 : Composition chimique de l'acier 18MND5 déterminée par l'institut MPA moyennée sur 5 analyses.

Certains de ces éléments ont pour rôle d'assurer la stabilité de la microstructure de l'acier, améliorer sa résistance. D'autres éléments cependant peuvent affecter le mode de rupture dans cet acier. Par exemple, la ségrégation du phosphore dans les joints de grains peut favoriser dans certains cas, une propagation intergranulaire d'une fissure (Naudin *et al.*, 1999). Le soufre est un élément indésirable classique de l'aciérie qu'on associe au manganèse par l'injection des carbures de manganèse (le procédé de désulfuration) et les inclusions *MnS* sont alors formées. La teneur en soufre *S* et en manganèse *Mn* permet d'avoir une première estimation de la fraction volumique des inclusions *MnS*. Le sulfure de manganèse représente la population d'inclusions conduisant à la formation des sites de germination (une porosité initiale) à de faibles niveaux de déformations.

A l'aide de la formule de (Franklin, 1969) et les données du Tableau 1, on peut estimer la fraction volumique initiale des vides par :

$$f_0 \approx f_{\text{MnS}} \approx 0,054 \left( \%S - \frac{0,001}{\%Mn} \right) + 0,005\%O \approx 1,25 \cdot 10^{-4} \quad (3.1)$$

La microstructure de l'acier a été observée au microscope optique (Figure 18) sur un échantillon enrobé et poli et attaqué par un agent chimique (nital 2%). Ce matériau est également observé dans (Hajjaj, 2006) (Figure 19). La microstructure est de type bainite supérieure. Les phases sombres sont composées de lattes de bainite et de cémentite tandis que les phases claires représentent la matrice ferritique  $Fe(\alpha)$  (Figure 18).

On distingue la présence des inclusions de  $MnS$  en gris et de nitrure de titane  $TiN$  en jaune. Les zones ségréguées sombres sont les dernières zones à solidifier et on y trouve souvent des inclusions  $MnS$  de forme allongée ou sphérique (voir Figure 18).

Pendant de la phase d'austénisation à la température  $900^\circ\text{C}$ , la taille de grain austénitique primaire est estimée à  $50\mu\text{m}$  (Figure 19). Après la fin du refroidissement, chaque grain austénitique, se transforme en un ensemble de paquets de grains allongés et parallèlement orientés : on parle de paquets bainitiques. Les paquets bainitiques sont séparés par des lattes de cémentite ( $Fe_3C$ ) dures. La taille de paquet de bainite est estimée à  $10\mu\text{m}$ . Certaines caractéristiques de la microstructure des aciers peuvent avoir un effet sur les mécanismes de rupture, dont par exemple la taille des grains d'austénite (Curry and Knott, 1978), la taille des paquets bainitiques et leurs orientations (Naylor and Krahe, 1974; Brozzo et al., 1977; Bouyne et al., 1998; Lambert-Perlade et al., 2004)

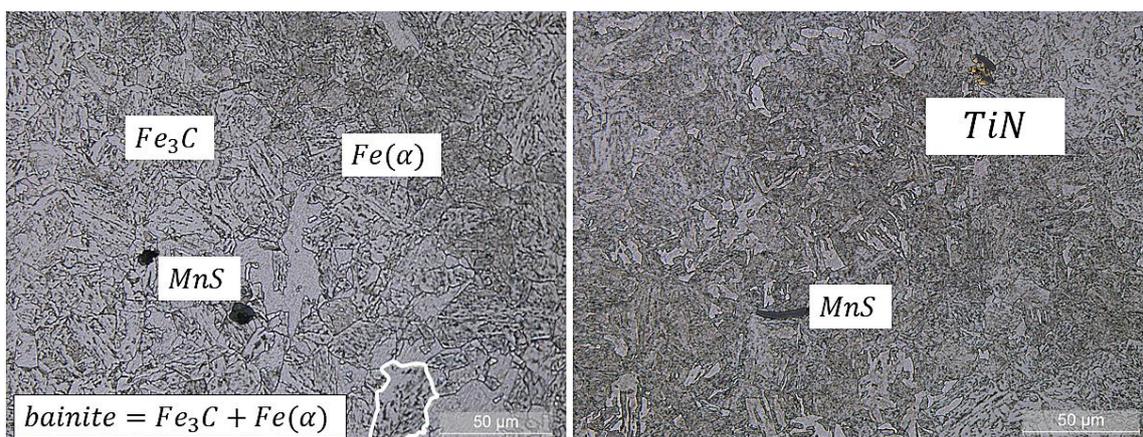


Figure 18 : Microstructure de l'acier 18MND5 observée dans le cadre du programme expérimental de la thèse. Présence  $MnS$  et de  $TiN$ .

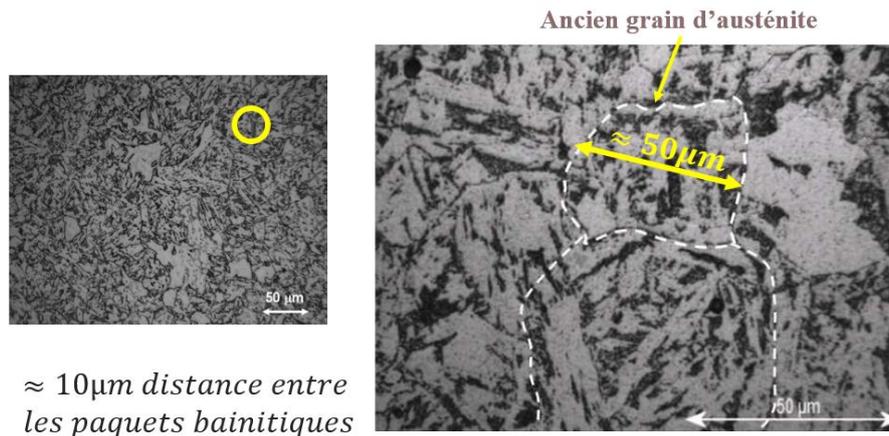


Figure 19 : Microstructure de l'acier 18MND5 observée au microscope optique (figure à gauche) et au MEB (figure à droite) après polissage et attaque chimique (nital 2%) (Hajjaj, 2006).

### 3.2 Présentation des essais

#### 3.2.1 Constitution de la base de données

Un certain nombre de résultats expérimentaux, obtenus lors de programmes antérieurs (Sainte-Catherine, 1998), (Dahl and Masson, 2003), (Dahl, 2017), étaient déjà disponibles sur ce matériau notamment dans le bas de la transition (CT à des températures inférieures ou égales à  $-100^\circ\text{C}$ ). L'objectif du programme expérimental de la thèse est de compléter cette base existante afin de constituer une base de données plus large, couvrant notamment le haut de la transition, et contenant d'autres géométries d'éprouvettes (SENT, DP) (voir détails dans §3.2.2).

A l'issue de la thèse, la base de données contient au total 165 essais (voir Tableau 3) dont 73 essais provenant des programmes expérimentaux antérieurs et 92 nouveaux essais réalisés pendant la thèse (données en rouge dans le Tableau 3)

Dans la suite du manuscrit, les labels ci-dessus seront utilisés pour faire référence à chacun des essais de cette base :

- Programmes expérimentaux précédents (voir §B.4) :
  - CEA : (Sainte-Catherine, 1998)
  - PEX 1987 : Programme expérimentale d'une étude interne EDF (Dahl, 2017)
- Programme expérimental de la thèse :
  - PEX 2141 : Programme expérimental de la thèse qui comporte les essais qui ont été effectués en première année de la thèse entre le laboratoire mécanique d'EDF R&D et le centre des matériaux à Evry.

#### 3.2.2 Objectif des essais

L'objectif est de comprendre l'effet de la température et de la géométrie sur la rupture dans la partie basse de la zone de transition ductile-fragile. Cette compréhension nécessite une description de la nature des mécanismes de rupture dans cette zone à partir d'une base expérimentale de tests et la description de ces mécanismes à partir des modèles existants.

Deux paramètres intéressants sont historiquement considérés dans la littérature pour quantifier l'effet de la géométrie sur la rupture : la triaxialité  $\tau$  et le paramètre de Lode  $L$  (Nahshon and Hutchinson, 2008).

On rappelle leur définition :

$$\tau = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} ; \mathcal{L} = \frac{\sigma_I + \sigma_{III} - 2\sigma_{II}}{\sigma_I - \sigma_{III}}$$

$$\sigma_m = \sigma_{kk}/3, \sigma_{eq} = \sqrt{3s_{ij}s_{ij}/2}. \mathbf{s} \text{ est le déviateur de la contrainte } \boldsymbol{\sigma}.$$

La base expérimentale existante a été complétée par les nouveaux essais suivants (Tableau 3). On présente dans Figure 20, les différentes géométries d'éprouvettes testées. Les nouveaux essais sont :

- Essai de traction sur des éprouvettes de tractions lisses  $TC_6$  à  $+20^\circ C, -20^\circ C, -50^\circ C, -100^\circ C, -150^\circ C$ . Ces essais permettent d'avoir les courbes de tractions uni-axiales, et les données de traction à savoir la limite d'écoulement  $R_{p0.2}$  et la limite à la rupture  $R_m$ .
- Essai de traction sur des éprouvettes axisymétriques entaillées ( $AE$ ) :  $AE_2, AE_4, AE_{10}$  et  $AE_{20}$  à  $-20^\circ C, -50^\circ C, -100^\circ C$  et uniquement à  $-150^\circ C$  pour les seules éprouvettes  $AE_{20}$ . Ces essais permettent d'étudier l'effet de différentes triaxialités sur l'endommagement et la rupture. Ces éprouvettes ont un paramètre de Lode  $\mathcal{L} = 1$ .
- Essai sur des éprouvettes de déformations planes  $DP, DP_6$  et  $DP_1$  à  $-20^\circ C, -50^\circ C$  et  $-100^\circ C$ . En complément des essais sur les éprouvettes  $AE_\chi$ , ces essais permettent d'étudier l'effet de  $\mathcal{L}$  sur l'amorçage ductile (Xue, 2007). En effet, ces éprouvettes ont des triaxialités comparables aux éprouvettes  $AE_\chi$  mais un paramètre de Lode  $\mathcal{L} = 0$  différent.
- Essai de traction sur des éprouvettes fissurées  $CT_B$  (*Compact Tension*) à deux épaisseurs :  $B = 12.5mm$  et  $B = 25mm$  avec la présence des entailles latérales. Ces essais ont été conduits à  $-20^\circ C$  et  $-50^\circ C$  et représentent la catégorie d'éprouvettes qui ont la plus grande triaxialité de la base de données.
- Essai de traction sur des éprouvettes fissurées  $SENT_{a_0/W}$  (*Single Edge Notched Tensile*) pour trois ratios : ( $a_0/W = 0.30, 0.5$  et  $0.7$ ). Ces essais ont été conduits à  $-100^\circ C, -50^\circ C$  et  $-20^\circ$  et permettent en plus des essais sur les éprouvettes  $CT_B$ , d'étudier l'effet d'une triaxialité modérée sur l'endommagement et la rupture.

Toutes les éprouvettes ont été prélevées aux alentours de  $1/4$  et  $3/4$  de l'épaisseur de la tôle est suivant la direction  $LT$  (Figure 21) pour les éprouvettes  $CT, SENT$  et suivant la direction  $L$  pour les éprouvettes  $TC, AE, DP - DP_{\eta=1;6}$ . La direction du laminage  $L$  coïncide avec la direction de traction et  $T$  coïncide avec la direction de propagation de la fissure. L'usinage des éprouvettes se fait hors de la zone d'hétérogénéité située dans une épaisseur de  $40mm$  centrée au milieu de l'épaisseur de la tôle. On évite également une épaisseur de  $20mm$  des peaux supérieures et inférieures, qui sont deux zones très écrouies. On présentera en annexes les différentes découpes effectuées et le repérage des endroits de prélèvement de la tôle (§B.1)

Les nouveaux essais présentés couvrent l'ensemble de la zone de transition car l'ambition initiale de la thèse était de pouvoir modéliser le couplage entre la rupture ductile et fragile dans cette zone. Or, pour des contraintes de temps, cet objectif n'a pu être atteint. Le travail de modélisation de la thèse a essentiellement été centré sur le clivage dans le bas de la transition (voir chapitre §6). Néanmoins, les essais du haut de la transition ont été exploités afin de fournir une modélisation préliminaire de la rupture ductile (voir chapitre §1).

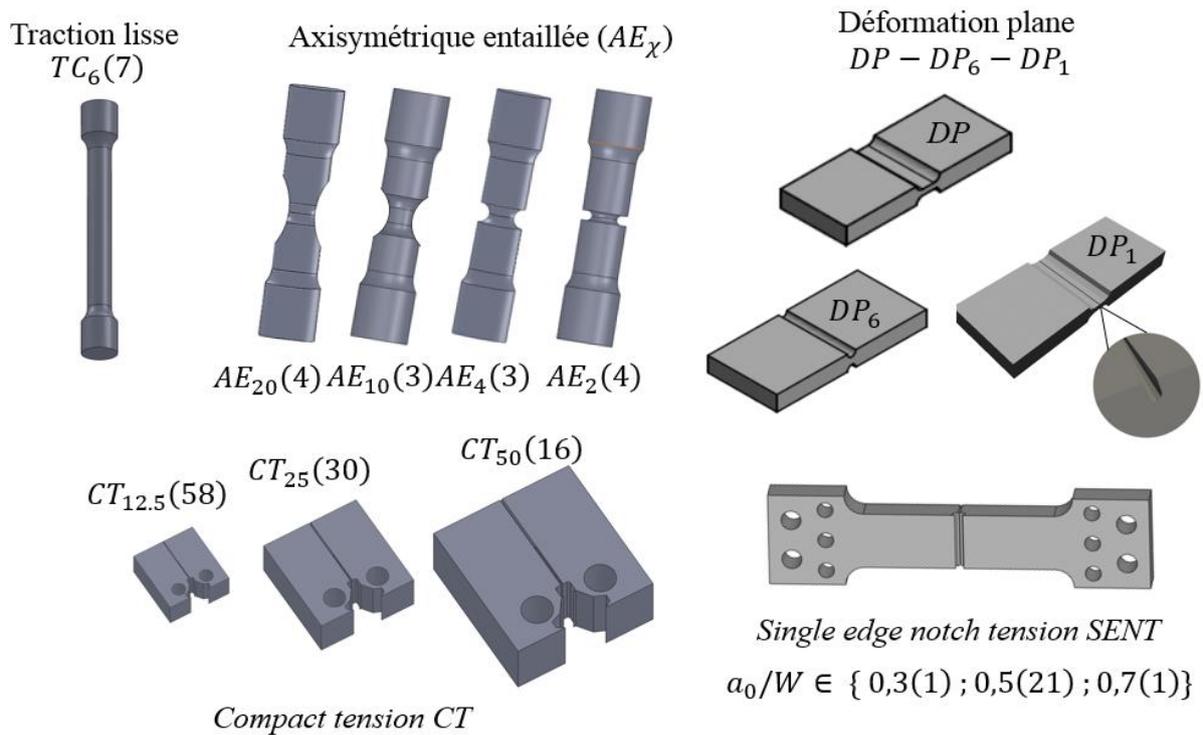


Figure 20 : Géométries des éprouvettes d'essais. Vue de près de l'entaille des éprouvettes  $DP_1$ . Les échelles sont fournies dans les plans en annexes (§B.2.1, B.2.2, B.2.3)

Dans le paragraphe suivant on s'intéressera à la présentation des essais effectués pendant la première année de thèse entre le laboratoire mécanique d'EDF R&D Les Renardières et le laboratoire du centre des matériaux à Evry. Cette présentation comportera le montage et les mesures effectuées sur chaque éprouvette et la description brève du déroulement de chaque essai.

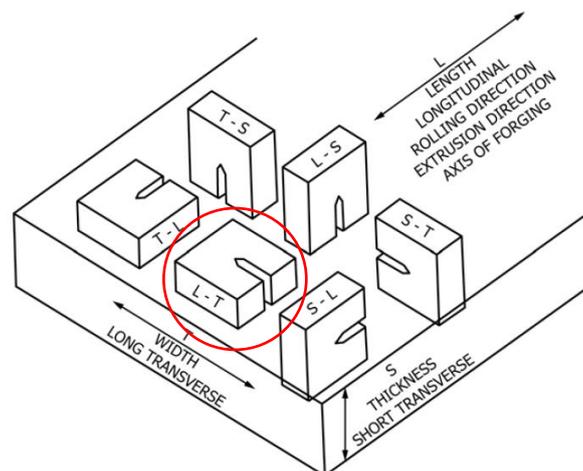


Figure 21 : Schéma des directions principales de la tôle. Le cercle rouge indique le prélèvement suivant la direction  $LT$  (ASTM-E1820, 2001)

<b>PEX 2141 + 1987</b>										
¼ de la tôle sens : <i>LT</i>		Paramètres		Température °C						<i>TOTAL</i>
Traction sens <i>L</i>				-150	-100	-75	-50	-20	+20	
Eprouvettes		<i>B</i> (mm)	<i>a</i> <sub>0</sub> / <i>W</i>							
	<i>CT</i> <sub>12.5</sub>	12.5	0.5	12	20	-	21*	5*	-	26+32
	<i>CT</i> <sub>25</sub>	25	0.5	-	16	-	14*	-	-	14+16
	<i>CT</i> <sub>50</sub>	50	0.5	-	8	-	8	-	-	16
<b><i>TC</i></b>	<i>TC</i> <sub>6</sub>	-	-	2	1	-	1	1	2	7
<b><i>AE</i><sub>χ</sub></b>	<i>AE</i> <sub>2</sub>	-	-	-	2	-	1	1	-	4
	<i>AE</i> <sub>4</sub>	-	-	-	1	-	1	1	-	3
	<i>AE</i> <sub>10</sub>	-	-	-	1	-	1	1	-	3
	<i>AE</i> <sub>20</sub>	-	-	1	1	-	1	1	-	4
<b><i>SENT</i><sub>a<sub>0</sub>/W</sub></b>	<i>SENT</i> <sub>0.3</sub>	30	0.3	-	-	-	-	1**	-	1
	<i>SENT</i> <sub>0.7</sub>	30	0.7	-	-	-	-	1**	-	1
	<i>SENT</i> <sub>0.5</sub>	30	0.5	-	10**		10**	1**	-	21
<b><i>DP</i><sub>η</sub></b>	<i>DP</i>	-	-	-	1	-	1	1	-	3
	<i>DP</i> <sub>6</sub>	-	-	-	1	-	1	1	-	3
	<i>DP</i> <sub>1</sub>	-	-	-	-	-	-	2	-	2

\* :  $B_n = 0.8B$  et \*\* :  $B_n = 0.9B$  (avec entailles latérales)

<b>CEA</b>												
Traction sens L		Température °C										
		-196	-170	-150	-136	-120	-100	-75	-50	-20	-15	20
<b><i>TC</i></b>	<i>TC</i> <sub>10</sub>	1	1	1	1	1	-	1	1	1	1	

Tableau 3 : Tableau sommaire détaillé des essais existants.

### 3.3 Procédures expérimentales

#### 3.3.1 Essai de traction : $TC$

On teste les éprouvettes  $TC_6$  pour avoir les courbes de tractions uni-axiales ainsi que les données matériaux : les limites d'élasticité et de rupture ( $R_{p0.2}, R_m$ ).

- Montage et mesures

L'essai de traction consiste à appliquer un chargement axial sous forme d'un déplacement longitudinal du vérin avec une certaine vitesse qui caractérisera la vitesse de déformation de l'éprouvette. On mesure la force directement de la cellule de force fixée sur la machine et on l'associe à l'allongement mesuré par un extensomètre centré sur l'éprouvette (Figure 22). Le dépouillement de l'essai permet d'avoir les courbes de traction : contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, en plus de l'allongement à la rupture  $A\%$  et de la striction à la rupture  $Z\%$ . Ces essais ont été effectués dans le laboratoire d'Essais Mécaniques au centre EDF R&D Les Renardières.

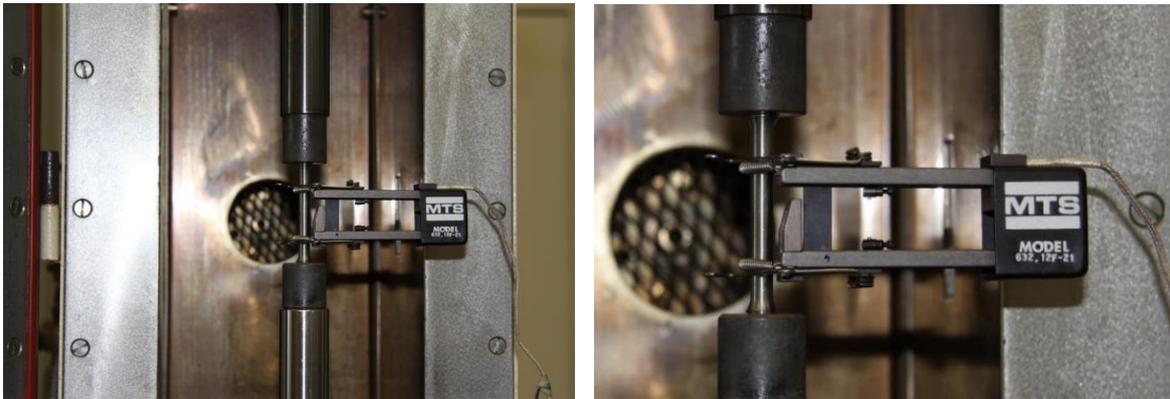


Figure 22 : Montage de l'éprouvette de traction et fixation de l'extensomètre axial

Pour avoir les courbes de traction, on utilise les relations classiques données dans l'équation (3.2) qui permettent de déterminer la contrainte vraie  $\sigma$  et la déformation vraie  $\epsilon$  à partir de la force  $F$  et d'allongement  $\Delta L$  :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \quad \epsilon = \ln \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \quad (3.2)$$

$\Delta L(mm)$  est mesuré par l'extensomètre axial et  $L_0$  est la base de mesure de l'extensomètre.

- Déroulement de l'essai

Les éprouvettes de traction lisses ont une longueur utile  $L_u$  égale à au moins 5 fois le diamètre  $d_0$  avec  $d_0 = 6mm$  (voir les plans en annexe §B.2). On choisit un extensomètre axial de base de mesure  $L_b = 25mm$ . L'éprouvette est marquée par un pointage tous les  $5mm$  pour repérer la position de la striction après la rupture aussi bien que pour mesurer l'allongement à la rupture  $\%A$ . L'essai est piloté en déplacement sur une machine de traction servo-hydraulique de capacité  $100kN$  (10 tonnes) en imposant une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ . Chaque éprouvette est équipée au moment du montage de trois thermocouples collés dans trois endroits différents : au centre, en haut et en bas de la zone utile de l'éprouvette et le bas également. L'éprouvette est enfermée dans une enceinte étanche et est refroidie par l'injection d'azote liquide. Un microcontrôleur régule la température à l'intérieur de cette enceinte. Les températures de l'essai sont  $+20^\circ C$ ,  $-20^\circ C$ ,  $-50^\circ C$ ,  $-100^\circ C$ ,  $-150^\circ C$ . Les essais à  $-150^\circ C$  ont été effectués dans le laboratoire de mécanique du centre des matériaux à Evry avec un suivi caméra de l'éprouvette pendant l'essai (Voir §3.3.2)

### 3.3.2 Essai de traction : $AE$

- Montage et mesures

L'essai sur les éprouvettes  $AE$  est un essai de traction qui permet d'étudier l'effet des triaxialité différentes sur l'amorçage et sur la rupture. On teste quatre rayons d'entailles différents  $R_0 = 20, 10, 4, 2 \text{ mm}$  (voir les plans en annexes §B.2.1). Ces éprouvettes sont respectivement notées  $AE_{20}, AE_{10}, AE_4, AE_2$ . L'indice  $\chi$  dans la notation  $AE_\chi$  est un paramètre géométrique défini par :

$$AE_\chi ; \chi = 10 R_0 / \Phi_0 \quad (3.3)$$

$R_0, \Phi_0 = 10 \text{ mm}$  sont respectivement le rayon de l'entaille et le diamètre de la section minimale.  $\chi$  est un paramètre géométrique calculé à partir de l'équation (3.3).  $\chi$  affecte la triaxialité  $\tau$  de l'éprouvette. En effet, la triaxialité est plus élevée pour une entaille plus aigüe i.e.  $\chi$  plus faible. On peut écrire :  $\tau_{AE_{20}} < \tau_{AE_{10}} < \tau_{AE_4} < \tau_{AE_2}$ .

Les éprouvettes sont montées par filetage et sont enfermées à l'intérieur d'une enceinte étanche (munie d'une vitre) pour la totalité de la durée du refroidissement et de l'essai. La température est mesurée par deux thermocouples soudés sur l'éprouvette. Au fur et à mesure que la sollicitation en traction augmente, le diamètre de base de l'éprouvette  $\Phi$  se réduit jusqu'à la rupture. Le dépouillement de l'essai nous permet d'avoir la variation de la force mesurée directement par la cellule de force de la machine en fonction de la réduction diamétrale et en fonction de l'allongement qui sont deux mesures de la ductilité. Ces essais ont été effectués dans le laboratoire de mécanique du centre des Matériaux à Evry.

- Déroulement de l'essai

L'éprouvette est filmée à partir du début de l'essai par une caméra couleur qui prend une image toute les 2s. En effet, l'éprouvette est montée devant un fond d'une couleur distinct de la couleur de l'éprouvette et est illuminée à travers l'ouverture de l'enceinte de refroidissement par un éclairage frontal placé perpendiculairement à la vitre (*Figure 23*). De cette manière, on peut ultérieurement soustraire les contours de l'éprouvette du fond à tout instant de l'essai. Ceci est effectué par un traitement d'image qui permet de récupérer les contours de l'éprouvette pour mesurer la réduction diamétrale à laquelle on associe le niveau de force. L'allongement noté par  $\Delta L$  est mesuré directement au cours de l'essai à l'aide d'un extensomètre axial d'une base  $L_b = 27 \text{ mm}$  monté sur l'éprouvette et centré autour de l'entaille. L'acquisition automatique des images est assurée à l'aide d'un signal numérique sous forme d'un Trigger que la machine d'essai envoie à la caméra chaque deux secondes : le *Trigger* = 1 veut dire 'une prise de photo', le *Trigger* = 0 veut dire 'pas de prise de photo'. L'enceinte est chauffée à une température de  $60^\circ\text{C}$  systématiquement avant de refroidir afin de sécher la chambre pour éviter le givrage pendant l'essai, qui peut fortement perturber la qualité des images.

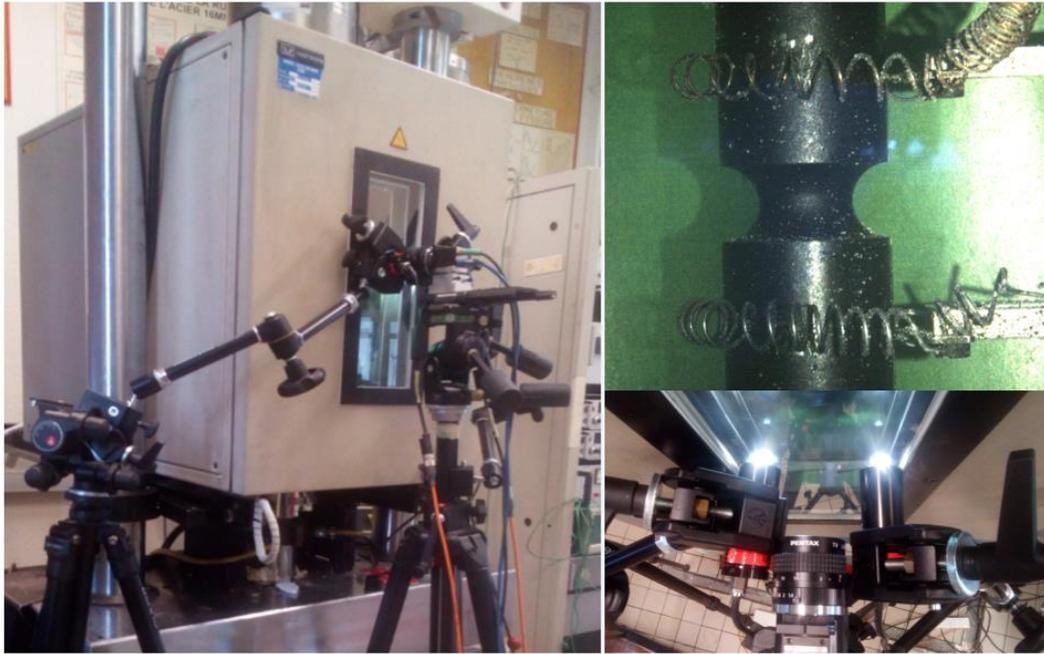


Figure 23 : Montage d'une éprouvette  $AE_4$  à l'intérieur d'une enceinte de refroidissement. L'illumination est assurée par deux projecteurs placés frontalement contre la vitre et la prise des images est assurée par la caméra.

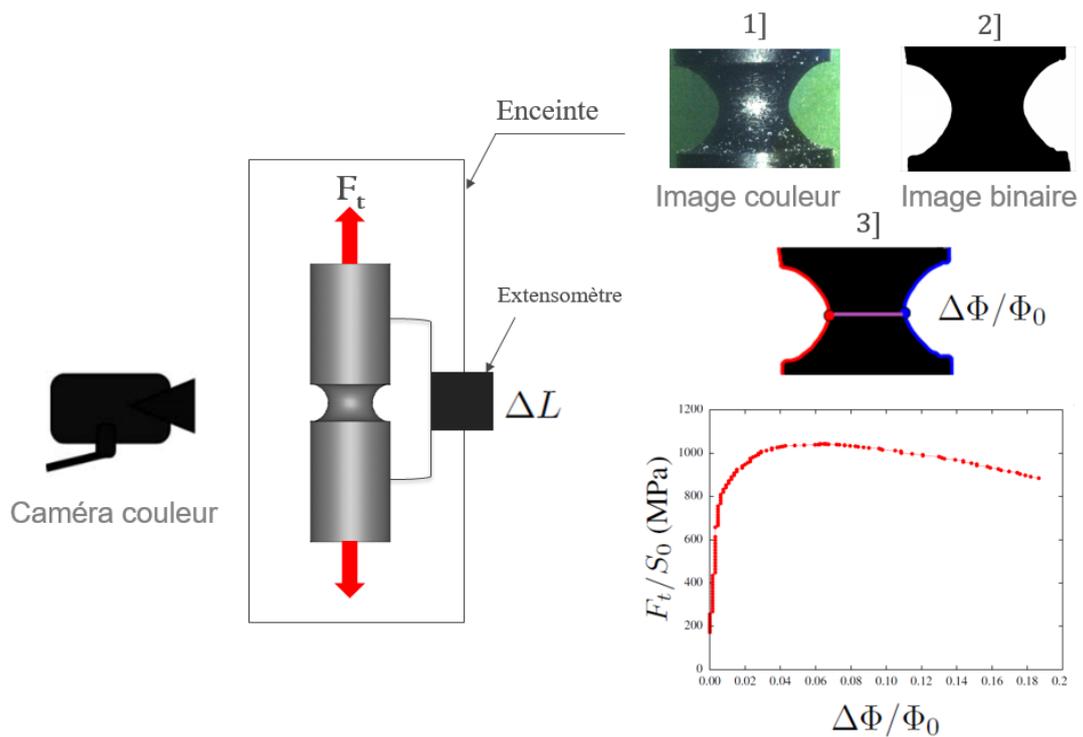


Figure 24 : Les étapes de Traitement des images d'essai

L'essai est contrôlé en déplacement du vérin avec une vitesse de 0.5mm/min. L'éprouvette est enfermée dans une enceinte étanche et est refroidie par l'injection de l'azote liquide jusqu'à ce que la température ciblée soit atteinte. Le refroidissement est maintenu entre 15 à 30min avant de lancer l'essai afin de s'assurer que la température de l'éprouvette est homogène. Un microcontrôleur régule la température à l'intérieur de cette enceinte. Les températures des essais sont  $-20^{\circ}C$ ,  $-50^{\circ}C$ ,  $-100^{\circ}C$  pour toutes les  $AE$  et  $-150^{\circ}C$  uniquement pour l'éprouvette  $AE_{20}$ .

Les images enregistrées des essais  $AE$  ont été prétraitées dans une première étape par le logiciel libre-service  $G'MIC$  pour les transformer en images binaires en noir et blanc (Figure 24). Ensuite la détermination des contours et du diamètre de la section minimale  $\Phi$  (définie comme la distance minimale entre les deux contours de l'éprouvette) est faite à l'aide d'un programme Python et à partir des images noir-blanc précédentes. On associe à chaque niveau de force  $F$ , un allongement  $\Delta L$  et une réduction diamétrale  $\Delta\Phi/\Phi_0 = 1 - (\Phi/\Phi_0)$ . Dans la partie (§3.4) on s'intéresse à l'analyse des graphes :  $F/S_0 - \Delta\Phi/\Phi_0$  et  $F/S_0 - \Delta L$ .

### 3.3.3 Essai de traction : $DP$ (Déformation plane)

#### ○ Montage et mesures

L'essai de traction sur les éprouvettes  $DP$  permet d'étudier l'effet du paramètre de Lode  $\mathcal{L}$  sur l'amorçage ductile. On teste trois types d'éprouvettes de déformation plane :  $DP$ ,  $DP_6$  et  $DP_1$  (voir les plans en §B.2.1.3).

Les trois éprouvettes ont des triaxialités proches à celles des éprouvettes  $AE$  mais un paramètre de Lode différent  $\mathcal{L} = 0$ . Les éprouvettes  $DP_6 - DP_1$  sont entaillées tandis que les éprouvettes  $DP$  ont une zone plane centrée de largeur 6.6mm. Les rayons d'entailles des éprouvettes  $DP_6 - DP_1$  sont respectivement  $R_{DP_6} = 1.8mm$  et  $R_{DP_1} = 0.2mm$ . L'épaisseur minimale au niveau du centre des éprouvettes  $DP$ ,  $DP_6$  et  $DP_1$  sont respectivement  $e_0 = 3.3mm, 3mm, 2.1mm$  (voir les plans dans les annexes §B.2.1). Comme pour les éprouvettes  $AE_{\chi}$ , l'indice  $\eta$  (équation (3.4)) dans la notation des éprouvettes de déformations planes entaillées  $DP_{\eta}$  est donné par :

$$DP_{\eta} ; \eta = 10 \frac{R}{e_0} \quad (3.4)$$

$\eta$  est un paramètre géométrique qui influence la triaxialité  $\tau$  de l'éprouvette. En effet, la triaxialité augmente lorsque l'entaille devient plus aigüe i.e.  $\eta$  plus faible On a donc :  $\tau_{DP} < \tau_{DP_6} < \tau_{DP_1}$ . La géométrie de ces éprouvettes permet de satisfaire les conditions de déformations planes au centre. Les éprouvettes sont alignées par deux faisceaux de laser frontaux au début de l'essai. L'allongement est mesuré par deux extensomètres axiaux fixés de part et d'autre de chaque éprouvette. On usine quatre rainures supplémentaires (deux de chaque côté de l'éprouvette) pour fixer les extensomètres. La distance entre les deux rainures est notée  $L_0$  avec  $L_0 = 25mm$ . Les couteaux des extensomètres sont montés sur ces rainures (Figure 25).

Avant de lancer chaque essai, on effectue systématiquement un test sur la mesure de  $F - \Delta L$  enregistrée par les deux extensomètres. Ce test consiste en une charge/décharge dans le domaine élastique. Une différence des mesures entre les deux extensomètres signifie qu'un des deux extensomètres n'est pas bien fixé sur l'éprouvette et/ou l'éprouvette est inclinée par rapport à l'axe de chargement du vérin. La vitesse de déformation est  $V_{extenso} = 0.4mm/min$ . On teste les deux éprouvettes  $DP - DP_6$  aux températures  $-20^{\circ}C, -50^{\circ}C, -100^{\circ}C$  et l'éprouvette  $DP_1$  uniquement à  $-20^{\circ}C$  (Tableau 4). On maintient le refroidissement 30min après l'atteinte de la température de l'essai pour s'assurer que la température de l'éprouvette soit homogène. Ces essais ont été effectués dans le laboratoire mécanique du centre des Matériaux à Evry.

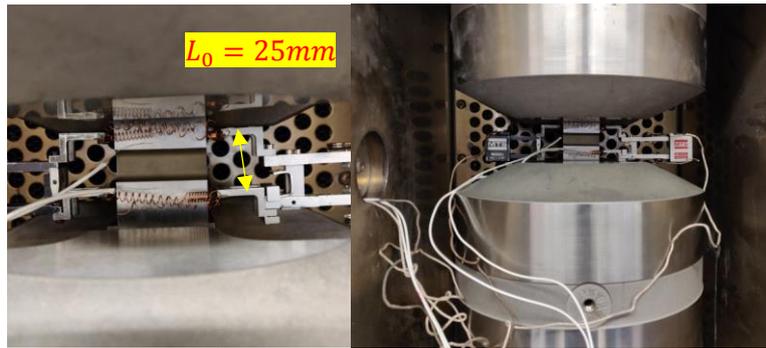


Figure 25 : Image d'une éprouvette DP montée dans la machine de traction à entre deux mors hydrauliques. Les extensomètres sont montés de part et d'autre de l'éprouvette.

	$DP$	$DP_1$	$DP_6$
$-20^{\circ}C$	✓	✓	✓
$-50^{\circ}C$	✓	✗	✓
$-100^{\circ}C$	✓	✗	✓

Tableau 4 : Bilan des essais  $DP, DP_{\eta}$  effectués pour chaque température

### 3.3.4 Essai de rupture : CT (*Compact Tension*)

#### ○ Montage et mesures

L'essai sur les éprouvettes  $CT$  est un essai de propagation de fissure par l'application d'une sollicitation en traction uni-axiale. On teste 2 types d'épaisseurs : les éprouvettes  $CT_{12.5}$  qui ont une épaisseur de  $B = 12.5mm$  et les éprouvettes  $CT_{25}$  qui ont l'épaisseur  $B = 25mm$ . Ces deux éprouvettes sont homothétiques pour les autres dimensions et sont préfissurées. En effet, la préfissuration est une étape de préparation qui a pour but de créer une fissure initiale droite avec une certaine profondeur. Généralement on doit s'assurer que le ratio  $a_0/W$  où  $W$  est la largeur de l'éprouvette (voir les plans en annexes §B.2.2) est compris entre 0.45 et 0.55 (ASTM-E1820, 2001). La préfissuration permet également de supprimer la zone endommagée créée par l'entaille usinée par électroérosion. Plusieurs phénomènes ont été documentés dans la littérature en ce qui concerne la propagation d'une fissure dans un essai de rupture. Pour les éprouvettes avec une grande épaisseur, il a été observé que la fissure se propage plus rapidement au centre de l'éprouvette qu'au bord ou ce qu'on appelle le *Crack tunneling* (James and Newman, 2003) Dans le but d'avoir une fissure plane et un front de fissure droit on usine des entailles latérales sur nos éprouvettes avec  $B_{\eta} = 0.8B$ .

Les éprouvettes sont montées à l'intérieur d'une enceinte et sont refroidies suivant les préconisations de la norme (ASTM-E1820, 2001). On teste les éprouvettes  $CT_{12.5}$  à  $-50^{\circ}C$  et à  $-20^{\circ}C$  et les éprouvettes  $CT_{25}$  à  $-50^{\circ}C$ . La force est mesurée directement à travers la cellule de force tandis que l'ouverture est mesurée par l'extensomètre fixé sur les becs de l'éprouvette situés dans la ligne de charge. Ces deux mesures, en plus de la taille de fissure initiale, permettent de calculer le paramètre  $J_t$  en fonction de l'avancée ductile de la fissure qu'on note  $\Delta a$ . Afin de pouvoir mesurer la taille de la fissure  $a$  pour une ouverture donnée, on effectue des décharges partielles. La méthode des complaisances permet de déduire la taille  $a$  à partir de la pente de décharge. Ces essais ont été effectués au laboratoire Essais Mécaniques du centre EDF R&D les Renardières. L'ensemble des courbes forces-ouvertures et leur dépouillement en termes de  $J_t - \Delta a$  sont fournies dans (§B.3,§B.5).

○ Déroulement de l'essai

Les deux types d'éprouvettes ont été préfiissurées à température ambiante. Il faut s'assurer que la préfiissuration par fatigue s'effectue dans le régime élastique linéaire de rupture (*Linear Elastic Fracture*) ce qui signifie que la zone plastique en amont de la fissure reste très limitée en taille par rapport aux autres dimensions de l'éprouvette. Il faut donc fixer une limite sur le maximum de la charge tolérée pendant la préfiissuration en fonction de  $K_{Jc_{pref}}$  finale qu'on ne devrait pas dépasser. La charge limite tolérable est notée  $P_m$ . Le rapport entre la charge minimale et la charge maximale pendant la préfiissuration est notée par  $R$  et vaut 0.1. On cycle avec une fréquence de 20Hz. Des entailles latérales de profondeur  $0.05B$  sont usinées dans le plan de la fissure avant la préfiissuration. Ces entailles sont reprises après la préfiissuration pour atteindre une profondeur supplémentaire de  $0.05B$  chacune. L'épaisseur réduite du ligament ainsi obtenue est donc de  $0.8B$ .

Lors des tests, les éprouvettes sont montées en liaison pivot avec le bras du vérin à l'aide de deux goupilles suffisamment rigides pour ne pas se déformer. On colle 4 thermocouples sur les 4 faces de l'éprouvette, ce qui signifie 4 signaux de mesures de température pour s'assurer de l'homogénéité de la température de l'éprouvette avant le début de l'essai. On maintient une durée de 20min de refroidissement après l'atteinte de la température ciblée. L'essai est conduit sur une machine servo hydraulique équipée d'une cellule de force de capacité 100kN (équivalent à 10 tonnes) pour les éprouvettes  $CT_{12.5}$  et 250kN (équivalent à 25 tonnes) pour les éprouvettes  $CT_{25}$ .

Les éprouvettes  $CT_{12.5}$  et  $CT_{25}$  (voir les plans en annexe §B.2.2.) ont été équipées d'extensomètre axial de base  $L_b = 3.2mm$  pour les  $CT_{12.5}$  et  $L_b = 4.3mm$  pour les  $CT_{25}$ . L'extensomètre est fixé sur les becs internes de l'éprouvette au même niveau de l'axe de chargement ce qui permet de mesurer l'ouverture : *Crack Mouth Opening Displacement (CMOD)*. Une fois la mise en place terminée, on précharge l'éprouvette à un niveau de force de traction  $F_0 = 0.3kN$  pour les  $CT_{12.5}$  et  $F_0 = 1kN$  pour les  $CT_{25}$  et on le maintien pendant le refroidissement. On pilote l'essai en déplacement en respectant une vitesse d'ouverture de l'extensomètre de  $V_{extenso} = 0.2mm/min$  et on vérifie la taille initiale de la fissure  $a_0$  en appliquant 3 rampes initiales à 60%, 80%, 100% de la charge finale de préfiissuration.

Au cours de l'essai, les décharges sont effectuées systématiquement chaque  $\Delta CMOD = 0.1mm$  ou chaque  $\Delta Force = 3kN$  et on décharge de 20% de la force atteinte. On effectue trois cycles charge/décharge par décharge partielle. Finalement on suit la procédure décrite dans la norme ([ASTM-E1820, 2001](#)) pour le dépouillement de ces essais.

### 3.3.5 Essai de rupture : *SENT (Single Edge Notched Tension)*

○ Montage et mesures

On teste les éprouvettes *SENT (Single Edge Notched Tension)* en traction axiale avec des décharges partielles. Les éprouvettes sont préfiissurées pour avoir un  $a_0 \in \{4.5; 7.5; 10.5\} mm$  ce qui nous permet d'avoir trois ratios  $a_0/W$  différents : i.e.  $a_0/W = 0.3; 0.5; 0.7$ . La température d'essai pour chaque profondeur de défaut est donnée ci-dessous (Tableau 5) :

$a_0/W$	-20°C	-50°C	-100°C
0.5	✓	✓	✓
0.3	✓	✗	✗
0.7	✓	✗	✗
$\Delta_{CMOD}$	150µm	150µm	75µm

Tableau 5 : Bilan des essais *SENT* effectués pour chaque température.  $\Delta_{CMOD}$  est l'écart de *CMOD* entre deux décharges partielles consécutives.

Les éprouvettes sont montées sur la machine et fixées à l'aide des boulons (voir Figure 26). On usine des entailles latérales de  $2 \times 5\%$  de l'épaisseur  $B = 30\text{mm}$  de l'éprouvette i.e.  $B_N = 27\text{mm}$  (voir les plans dans §B.2.3). On utilise un extensomètre axial de base  $L_b = 4.3\text{mm}$  pour mesurer l'allongement. Des décharges partielles sont effectuées systématiquement quand  $\Delta_{CMOD}$  atteint les valeurs précisées dans le Tableau 5 ou quand  $\Delta F = 15\text{kN}$  et on décharge jusqu'à 20% de moins de la force maximale atteinte. L'essai est piloté en ouverture en respectant une vitesse d'ouverture de l'extensomètre de  $V_{extenso} = 0.4\text{mm/min}$ . On détaille la procédure de dépouillement en annexes (§B.5)

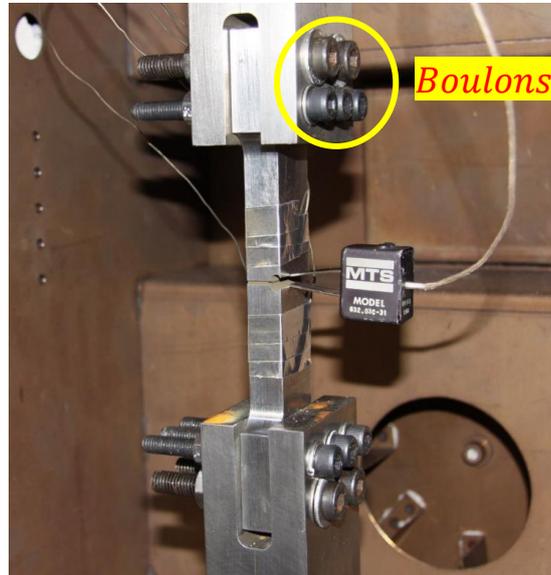


Figure 26 : Image du montage de l'éprouvette  $SENT_{0.5}$

Le dépouillement des essais  $CT$ ,  $SENT$  nous permettra d'avoir les courbes de résistance à la propagation de fissure  $J_t - \Delta a$  et les valeurs de ténacités des éprouvettes rompues dans le domaine fragile. On présentera une analyse de l'effet de température et de la géométrie sur les courbes  $J_t - \Delta a$  et  $K_{JC} - T$  dans le chapitre suivant (§3.4.3).

Après avoir présenté les hypothèses de chaque essai et les mesures effectuées sur chaque éprouvette, on propose dans le chapitre suivant d'analyser l'ensemble de ces mesures et de les comparer par type de géométrie et par température. On distingue dorénavant deux catégories d'éprouvettes : les éprouvettes non fissurées :  $TC$ ,  $AE$ ,  $DP$  et les éprouvettes fissurées :  $CT$ ,  $SENT$ .

### 3.4 Résultats expérimentaux

#### 3.4.1 Eprouvettes non fissurées : $TC_6, AE_\chi, DP, DP_\eta$

On présente les courbes de traction conventionnelles pour des températures allant de  $+20^\circ\text{C}$  jusqu'à  $-150^\circ\text{C}$  dans la Figure 27. On constate que ces courbes présentent un palier de *Piobert-Lüders* (zone où la force est constante). Ce palier traduit une forme d'hétérogénéité de déformation plastique à l'échelle macroscopique abondamment étudiée dans la littérature parmi d'autres type d'instabilités (Piobert *et al.*, 1842; Lüders, 1860; Le Chatelier, 1909; Portevin and Le Chatelier, 1923; Baird, 1963; Lacombe, 1985). Le palier de Lüders est dû au vieillissement statique du matériau. Les dislocations sont initialement ancrées par une atmosphère d'atomes de carbone. Le palier de Lüders correspond au désencrage des dislocations et se traduit par une déformation hétérogène sous forme d'une ou plusieurs bandes de localisation qui se déplacent le long de l'éprouvette. On remarque que la largeur du palier de *Lüders* décroît en fonction de la température. L'écroutissage du matériau est dû aux mécanismes de durcissement classiques.

La force croît jusqu'à atteindre une valeur maximale. Une nouvelle instabilité qu'on désigne par *diffuse necking* ou striction prend place en créant une entaille dans l'éprouvette. La section portante réduit jusqu'à la rupture. A partir de ce moment les champs de déformations ne sont plus uniformes dans cette région de striction et un nouvel état triaxial des contraintes apparaît. Plus loin, la force chute brutalement au moment de la rupture totale de l'éprouvette.

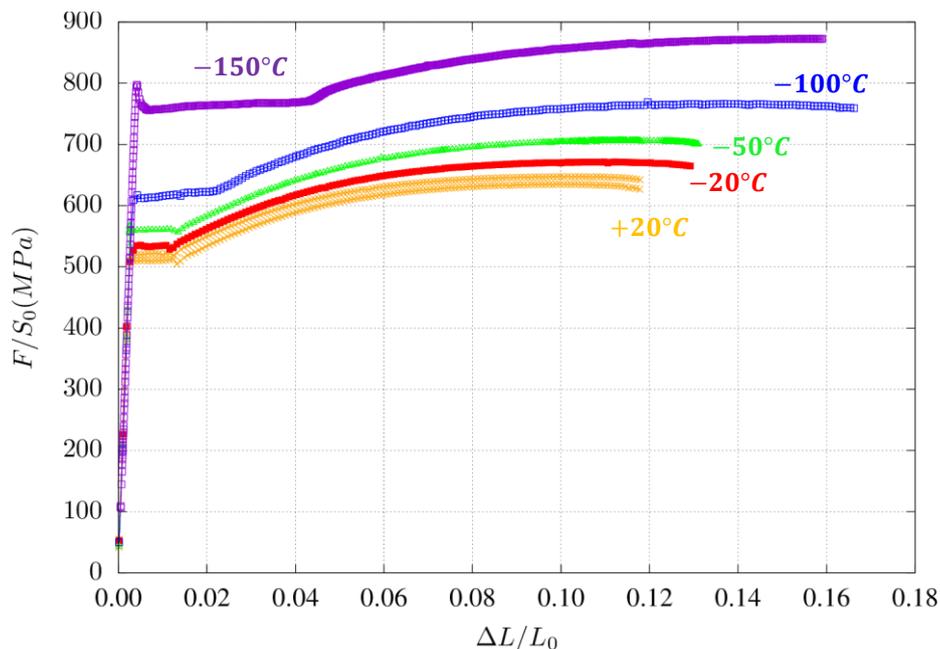


Figure 27 : Courbes de traction exprimées en termes des contraintes et déformations à  $20^\circ\text{C}$ ,  $-20^\circ\text{C}$ ,  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-100^\circ\text{C}$ ,  $-150^\circ\text{C}$ .

Après la striction, les déformations ne sont plus homogènes et l'état des contraintes est triaxial. La contrainte équivalente de von Mises peut être reliée à la contrainte nominale grâce à l'approximation de Bridgman (Bridgman, 1952). Dans notre cas, on se servira des essais  $AE_\chi$  pour identifier le comportement au-delà de la striction.

On compare également les limites d'écoulement  $R_{p0.2}$  à 0.2% de la déformation plastique et les limites de rupture  $R_m$  en fonction de la température (Figure 28). Les données de traction dépouillées de nos essais (PEX 2141) sont en bon accord avec les résultats obtenus par le CEA. Les essais CEA ont été conduits sur des éprouvettes  $TC_{10}$  prélevées dans la même tôle mais dans un sens  $L$  à la mi-épaisseur de la tôle ( $\frac{1}{2}$  de l'épaisseur) (voir les annexes §B.1). Ces éprouvettes ont été testées avec une vitesse  $0.5\text{mm}/\text{min}$  légèrement différente de la nôtre  $0.6\text{mm}/\text{min}$ .

Les essais de traction réalisés étant peu adaptés à la mesure du module de Young, nous utiliserons par la suite les modules élastiques par température extraits de la note des essais du CEA (§3.2.1)(voir le Tableau 7).

Au regard de la cohérence des comparaisons (Figure 28), on conclut que le lieu de prélèvement des éprouvettes de traction n'a pas d'effet considérable sur les résultats de traction (même remarque dans (Hajjaj, 2006)). On résume dans le Tableau 6 et Tableau 7 les données de tractions dépouillées.

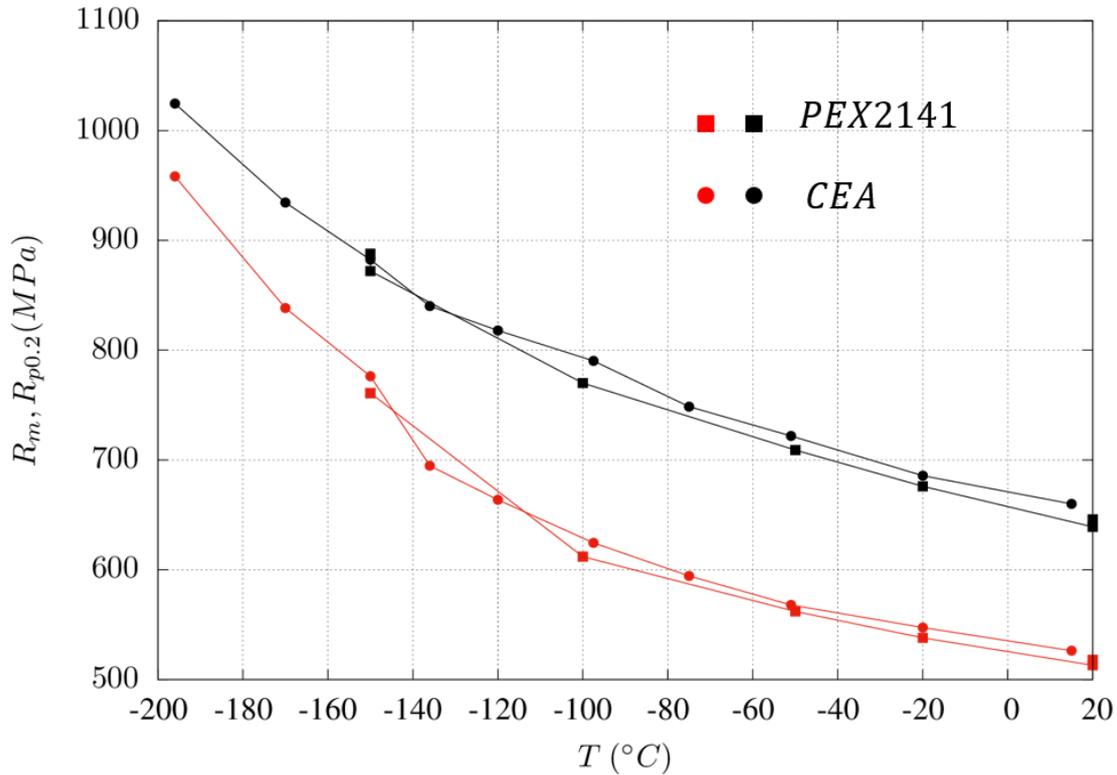


Figure 28 : la limite d'élasticité  $R_{p0.2}$  et la limite de rupture  $R_m$  comparés à différentes températures

	15°C	-20°C	-51°C	-75°C	-97.5°C	-120°C	-136°C	-150°C
$R_{p0.2}$ (MPa)	526.2	547.3	567.9	594.3	624.5	663.8	694.7	776.2
$R_m$ (MPa)	660.0	685.7	721.19	748.5	790.3	817.9	840.2	882.5
$\sigma_Y = (R_m + R_{p0.2})/2$	593.1	616.5	644.54	671.4	707.4	740.85	767.45	829.35
$E$ (GPa)	205.3	206.2	207.1	207.9	208.9	209.7	210.5	211.1

Tableau 6 : Paramètres de traction des essais conduits à CEA (§3.2.1)

	20°C	20°C	-20°C	-50°C	-100°C	-150°C	-150°C
$R_{p0.2}$ (MPa)	518	513	538	562	612	761	-
$R_m$ (MPa)	646	639	676	709	770	872	888
$\sigma_Y = (R_m + R_{p0.2})/2$	582	576	607	635.5	691.0	816.5	-

Tableau 7 : Paramètres de traction des essais du programme expérimental de la thèse

Dans la *Figure 29*, on présente les graphes  $F/S_0 - \Delta L$  et  $F/S_0 - \Delta\Phi/\Phi_0$  des éprouvettes  $AE_\chi$  testées. Ces courbes montrent que la force décroît en fonction de  $\chi$  et donc augmente en fonction de la triaxialité. On peut vérifier cette tendance dans la formule de Bridgman (Bridgman, 1952) suivante :

$$\frac{F}{S_0} = \beta \left(1 - \frac{4R}{\Phi_0}\right) \log \left(1 + \frac{\Phi_0}{4R}\right) \quad (3.5)$$

$R$  est le rayon de l'entaille déformée. Cette formule suppose que les déformations sont homogènes et que les contraintes ont le même ordre de grandeur dans la section minimale (loin des bords).

A température donnée, la force croît avec la triaxialité de l'éprouvette tandis que les mesures finales  $\Delta\Phi_f/\Phi_0, \Delta L_f$  décroissent (Figure 29). Autrement dit, la ductilité (mesure de  $\Delta\Phi_f/\Phi_0, \Delta L_f$ ) décroît lorsque la triaxialité augmente.

Pour les éprouvettes  $AE_{2,4,10}$  testées entre  $-100^\circ\text{C}$  et  $-20^\circ\text{C}$ , les mesures finales  $\Delta\Phi_f/\Phi_0, \Delta L_f$  sont peu sensibles à la température (voir illustration Figure 30). Pour les éprouvettes  $AE_{20}$ , le constat est identique pour l'allongement à rupture  $\Delta L_f$  mais pas pour la réduction diamétrale  $\Delta\Phi_f/\Phi_0$  (éprouvettes  $AE_{20}$  dans la Figure 31). On met en doute les mesures  $\Delta\Phi_f/\Phi_0$  de l'éprouvette  $AE_{20}$  et on choisit de ne pas les considérer par la suite<sup>1</sup>. La ductilité ne dépend donc pas de la température dans l'intervalle  $T \in [-100^\circ\text{C}, -20^\circ\text{C}]$ .

Finalement, le refroidissement conduit à l'augmentation de la limite d'écoulement du matériau et donc à l'augmentation du niveau de force (Figure 30).

La normalisation des courbes (Figure 29) par la donnée  $\sigma_Y S_0$  ( $S_0$  est la section initiale) pour chaque température permet de définir une courbe maîtresse pour chaque géométrie AE (Figure 31) c.à.d. que toutes les courbes se ramènent à une seule courbe indépendante de la température. On peut voir que la normalisation des courbes  $DP$  et  $DP_6$  permet de définir une courbe maîtresse également (Figure 32). Cette courbe maîtresse ne dépend donc que de la géométrie. L'existence de cette courbe maîtresse signifie que la surface d'écrouissage à une température donnée  $T$  est proportionnelle à  $\sigma_Y(T)$ . Par conséquent, il suffit d'identifier les paramètres d'écrouissage à  $-20^\circ\text{C}$  pour déduire les paramètres à  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-100^\circ\text{C}$  et à  $-150^\circ\text{C}$ .

Les contraintes calculées étant proportionnelles à  $\sigma_Y$  la contrainte hydrostatique  $\frac{1}{3}\sigma_{kk}$  et la contrainte équivalente  $\sigma_{eq}$  le sont aussi. La triaxialité définie comme le rapport de ces deux grandeurs éliminera la contribution de  $\sigma_Y$  et donc éliminera la dépendance à la température. La triaxialité ne dépend que de la géométrie de l'éprouvette.

---

<sup>1</sup> Ces essais sont réalisés dans les conditions dégradées liées à la situation sanitaire (Covid)

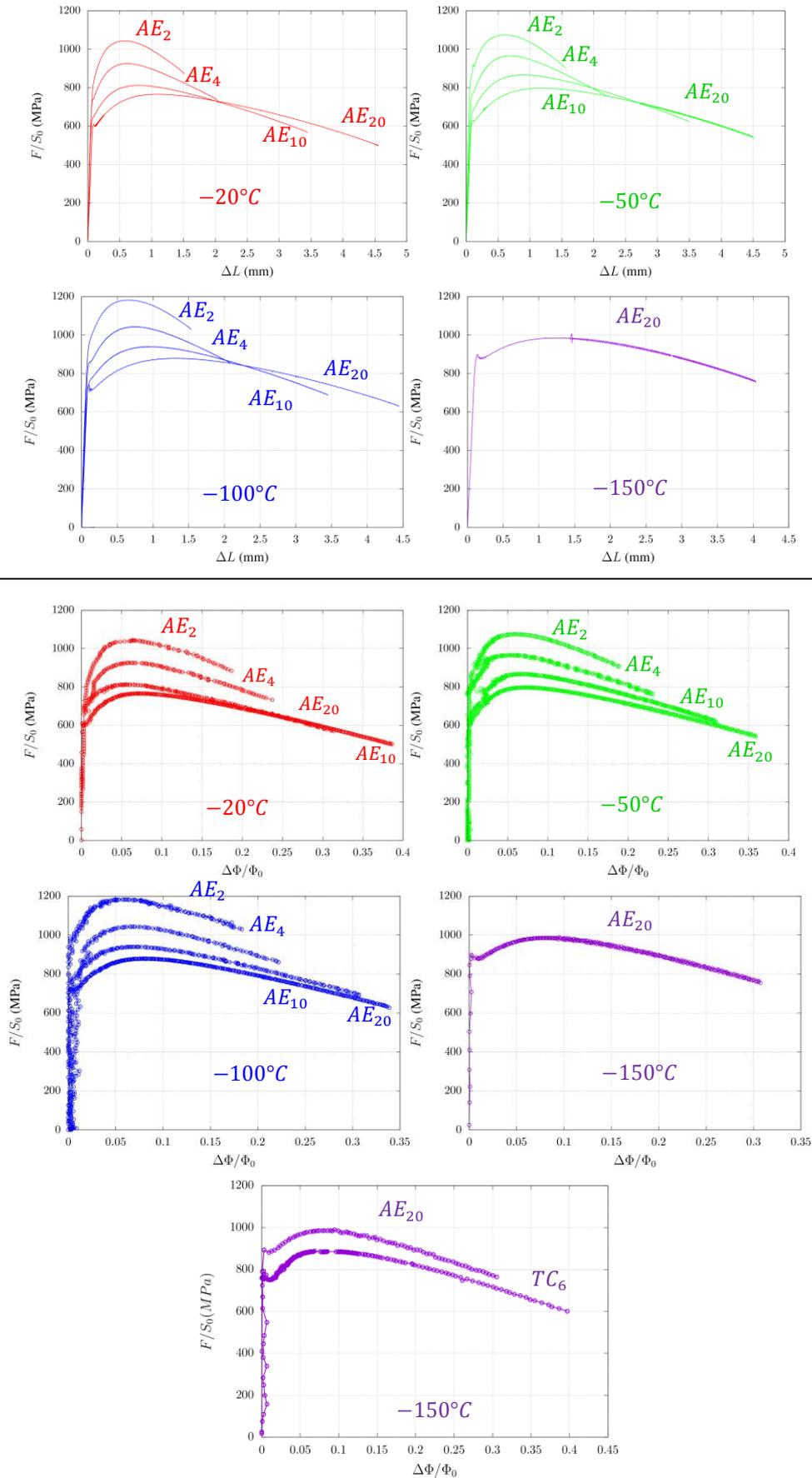


Figure 29 : La force mesurée en fonction de la réduction diamétrale et de l'allongement aux températures  $T = -20^\circ\text{C}$ ,  $T = -50^\circ\text{C}$ ,  $T = -100^\circ\text{C}$ ,  $T = -150^\circ\text{C}$ .

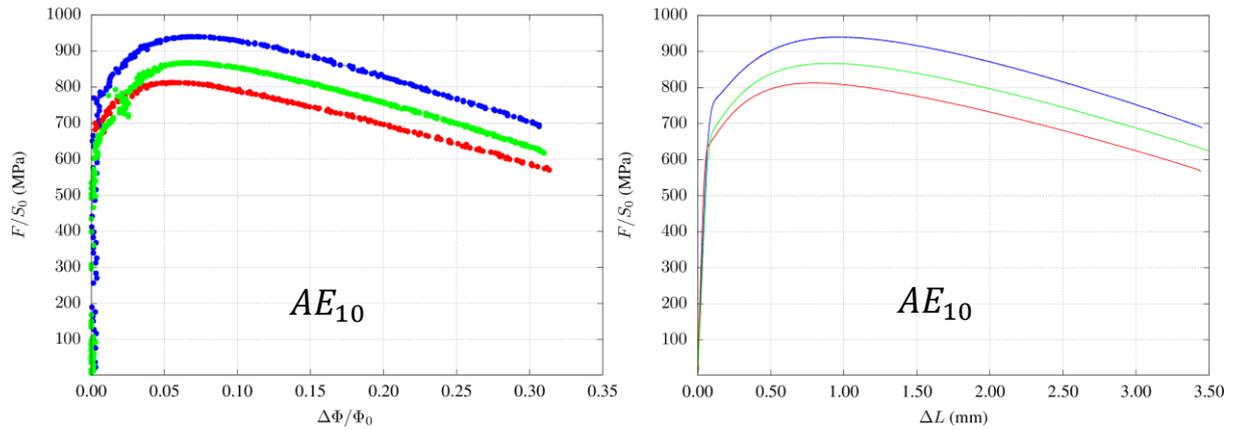


Figure 30 : Comparaison à  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $-50^{\circ}\text{C}$ ,  $-100^{\circ}\text{C}$  de la force mesurée sur l'éprouvette  $AE_{10}$  en fonction de  $\Delta\Phi/\Phi_0$  et de  $\Delta L$

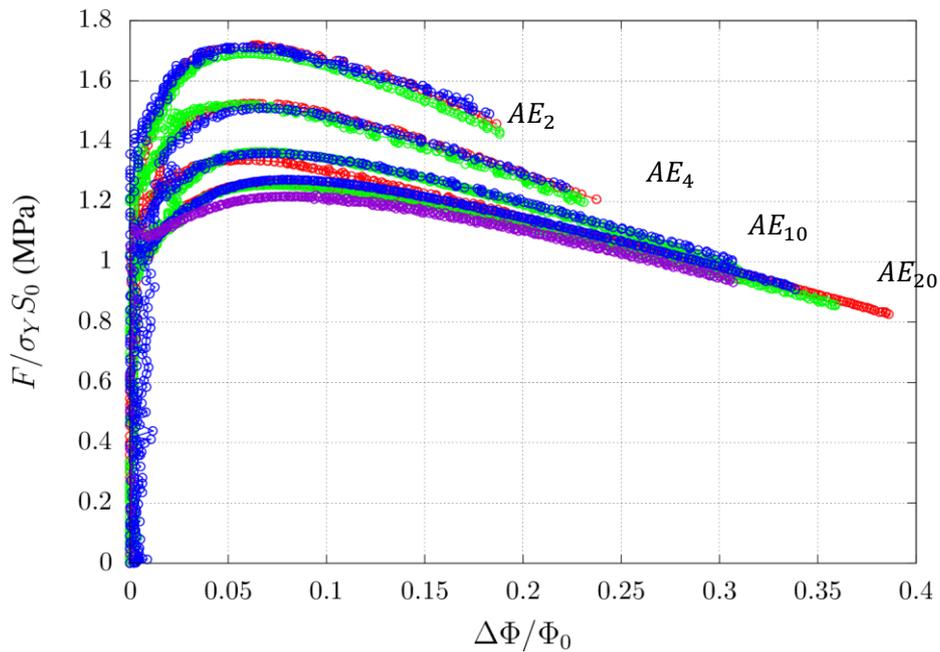


Figure 31 : la force normalisée par  $\sigma_{\gamma}S_0$  en fonction de la réduction diamétrale à  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $-50^{\circ}\text{C}$ ,  $-100^{\circ}\text{C}$ ,  $-150^{\circ}\text{C}$ .

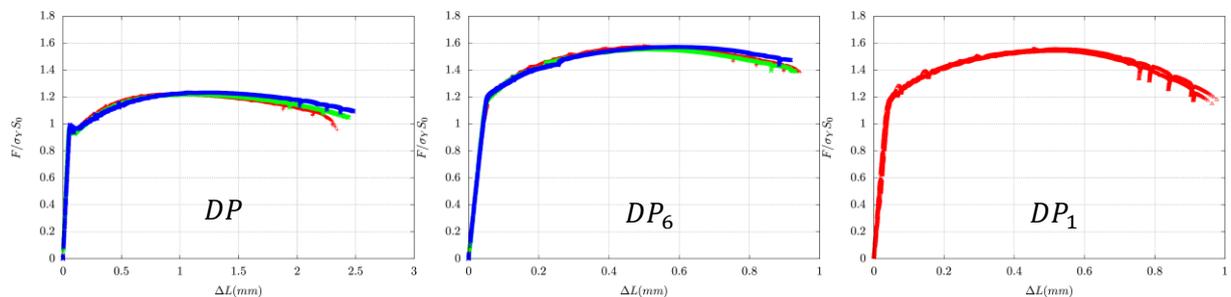


Figure 32 : La force normalisée par  $\sigma_{\gamma}S_0$  en fonction de l'allongement  $\Delta L$  pour les éprouvettes  $DP$ ,  $DP_6$  et  $DP_1$  à  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $-50^{\circ}\text{C}$ ,  $-100^{\circ}\text{C}$

On présente dans la Figure 33, l'évolution de  $A\%$  (Allongement à rupture) et  $Z\%$  (Striction à rupture) en fonction de la température des essais de traction, qu'on compare avec les données de traction du CEA (§3.2.2). On remarque qu'au niveau de la mesure  $Z\%$  une légère différence est observée entre les deux campagnes d'essais, pourtant ce n'est pas le cas pour l'allongement à la rupture. En général, on observe que les valeurs sont constantes dans l'intervalle  $[-150^{\circ}\text{C}, +20^{\circ}\text{C}]$ .

On remarque que l'éprouvette  $DP$  est plus ductile que l'éprouvette  $DP_6$  qui est à son tour plus ductile que l'éprouvette  $DP_1$  (au regard des  $\Delta L_{final}$  dans Figure 32). Comme  $\tau_{DP} < \tau_{DP_6} < \tau_{DP_1}$  à cause de la présence de l'entaille dans l'éprouvette  $DP_6$  et dans l'éprouvette  $DP_1$  (entaille plus aigüe que celle de  $DP_6$ ), on conclut que la ductilité diminue quand la triaxialité augmente ce qui est en accord avec les observations sur les éprouvettes  $AE_\chi$ .

Toutes les éprouvettes  $AE_\chi$  ont rompu brutalement un moment donné de l'essai ce qui signifie que la caméra n'a réellement capté que  $\Delta\Phi/\Phi_0$  d'amorçage qui est différent de la mesure finale après la rupture de l'éprouvette. La mesure  $\Delta\Phi/\Phi_0$  à l'amorçage dépend de l'éprouvette et pas de la température (remarque précédente : Figure 34, Figure 30). Cette remarque signifie que l'amorçage se produit lorsqu'on atteint un certain niveau de déformation. L'amorçage est donc contrôlé en déformation ce qui suggère un amorçage ductile. Cette dernière hypothèse sera confirmée par les observations au *MEB* des faciès de rupture (§4). La réduction diamétrale à rupture (mesurée sur les faciès de rupture : symboles vides dans la Figure 34) est légèrement différente de celle d'amorçage.

L'éprouvette  $AE_4$  présente une mesure  $\Delta\Phi/\Phi_0$  à rupture plus élevée à  $-50^\circ C$  par rapport à  $-20^\circ C$  contrairement à l'éprouvette  $AE_2$ . Cette différence peut être expliquée à partir de l'observation du mécanisme conduisant à la rupture de ces deux éprouvettes à  $-20^\circ C$  et à  $-50^\circ C$  (voir les observations *MEB* au §4). Les données de ces graphes (Figure 32, Figure 34) sont présentées en annexe (§B.3).

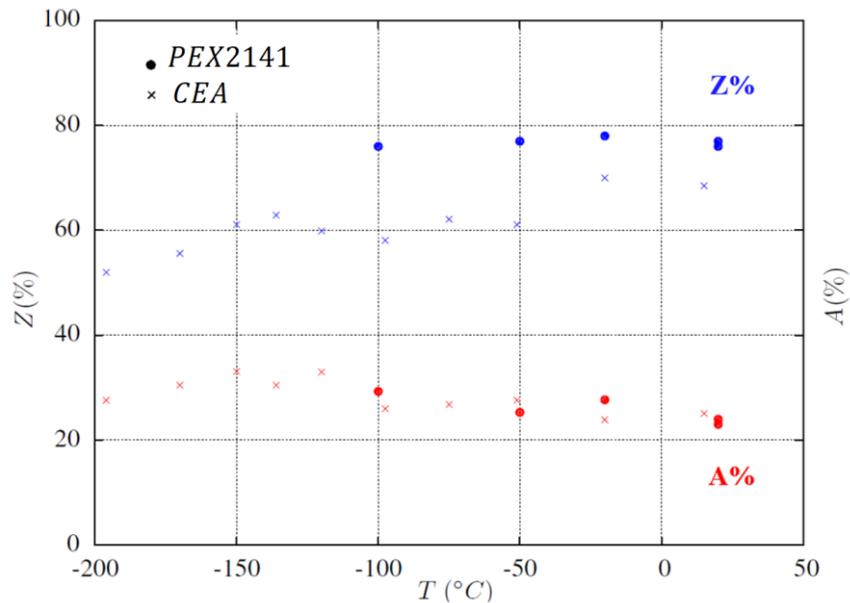


Figure 33 : la variation de l'allongement et la striction à la rupture en fonction de la température

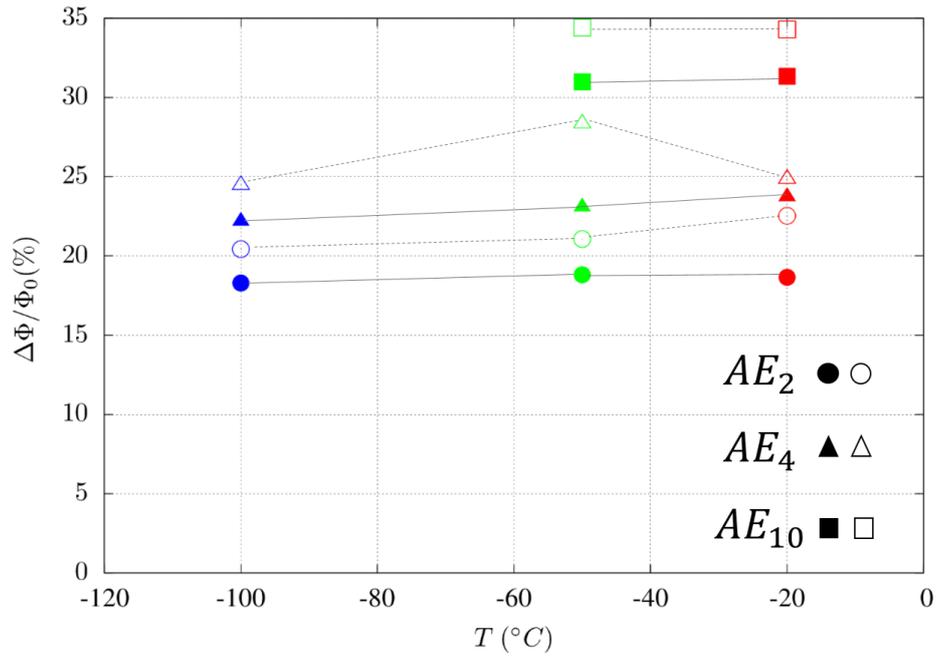


Figure 34 : la réduction diamétrale relative  $\Delta\Phi/\Phi_0$  en fonction des températures :  $-20^\circ\text{C}$ ,  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-100^\circ\text{C}$ . Les symboles pleins sont les dernières mesures des courbes  $F/S_0 - \Delta\Phi/\Phi_0$  (Figure 29). Les symboles vides représentent les mesures prises directement sur les faciès des éprouvettes rompues. L'éprouvette  $AE_{10}$  à  $-100^\circ\text{C}$  présente un cas particulier de délaminage (cas unique). La ductilité correspondante à cette éprouvette n'est pas présentée dans ce graphe (voir image du faciès en annexe §B.3)

### Remarque

La chute lente de la force à un moment donné de l'essai ne traduit pas le début de l'endommagement. En effet, la force chute parce que la section diminue assez rapidement et l'écroutissage ne permet pas de compenser cette réduction. On peut s'en convaincre en traçant non pas la force ramenée à la section initiale mais à la section à un instant  $t$  notée  $S_t$ .  $S_t$  peut être déduite de  $\Delta\Phi$ . Figure 35 nous permet de voir que la contrainte nominale  $\bar{\sigma} = F/S_t$  croît à cause de l'écroutissage du matériau. La saturation de l'écroutissage ne permet pas de maintenir un niveau de force croissant lorsque  $S_t$  diminue rapidement. La force chute en conséquence.

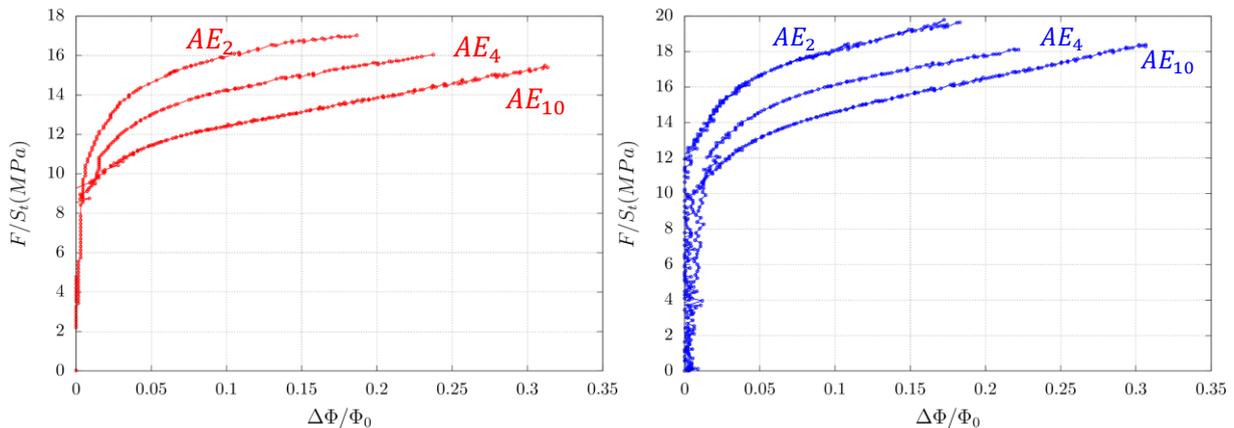


Figure 35 : La force ramenée à la section actuelle  $S_t$  en fonction de la réduction diamétrale à  $T = -100^\circ\text{C}$  et à  $T = -20^\circ\text{C}$

#### 3.4.2 Conclusion partielle sur les éprouvettes non fissurées

Dans ce paragraphe une première analyse des essais sur les éprouvettes non-fissurées a été présentée. Les courbes de traction conventionnelles et les données matériaux sont dépouillées. Les données de tractions  $R_m, R_{p0.2}$  sont en bon accord avec les résultats des essais du CEA. On a montré que la ductilité suit une tendance décroissante en fonction de la triaxialité dans l'intervalle de température  $[-100^\circ\text{C}, -20^\circ\text{C}]$ . On a également noté que la ductilité de ces éprouvettes aussi bien que celle des éprouvettes  $DP - DP_\eta$  est indépendante de la température. Cette remarque nous permet d'émettre l'hypothèse d'un amorçage de nature ductile à toutes les températures, hypothèse qui sera confirmée par des observations fractographiques dans le chapitre (§4).

Ensuite, la normalisation de la force par la mesure  $\sigma_Y = 0.5(R_{p0.2} + R_m)$  permet de mettre en évidence l'existence d'une courbe maîtresse indépendante de la température. Ceci signifie que la surface d'écroutissage à température  $T \in [-100^\circ\text{C}, -20^\circ\text{C}]$  donnée est proportionnelle à  $\sigma_Y(T)$ . Ce résultat nous permettra d'identifier les paramètres de la loi de plasticité (voir le paragraphe §5.1) à  $-20^\circ\text{C}$  uniquement et de pouvoir déduire les paramètres aux autres températures à partir de cette identification.

Finalement, une conséquence immédiate de l'existence d'une courbe maîtresse est l'indépendance de la triaxialité à la température au même titre que la ductilité. La triaxialité est donc une grandeur physique qui caractérise la géométrie.

### 3.4.3 Eprouvettes fissurées : $CT_B, SENT_{a_0/W}$

On présentera dans cette partie les résultats expérimentaux des éprouvettes  $CT_{12.5}, CT_{25}, CT_{50}$  et  $SENT_{0.3}, SENT_{0.5}, SENT_{0.7}$  testées à  $-20^\circ C, -50^\circ C, -100^\circ C$  et  $-150^\circ C$  (voir §3.2.1, §3.3.4 et §3.3.5). On s'intéresse à l'effet de température et de géométrie sur les courbes  $J_t - \Delta a$  des éprouvettes pour lesquelles on observe une déchirure ductile et ensuite, on regardera l'effet de ces deux paramètres (température et géométrie) sur les ténacités des éprouvettes rompues en mode fragile.

#### 3.4.3.1 Effet de la température et de la géométrie sur les courbes $J_t - \Delta a$

##### ○ Analyse de l'effet de température

Dans cette partie on analyse les résultats d'essais des éprouvettes  $CT$  et  $SENT$ . On présentera les courbes force-ouverture et  $J_t - \Delta a$  ainsi que les valeurs des ténacités dépouillées en fonction de la température pour toutes les éprouvettes.

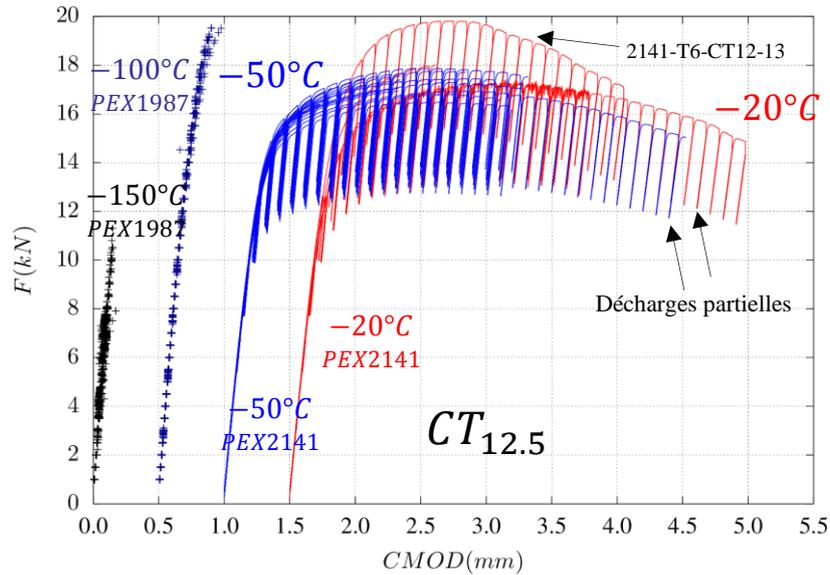


Figure 36 : les courbes force-ouverture de l'éprouvette  $CT_{12.5}$  à  $-50^\circ C, -20^\circ C$  comparées avec les essais à  $-100^\circ C$  et à  $-150^\circ C$  disponible dans la base expérimentale. Les courbes sont décalées pour faciliter la lecture. L'éprouvette « 2141-T6-CT12-13 » est rompue dans le domaine fragile.

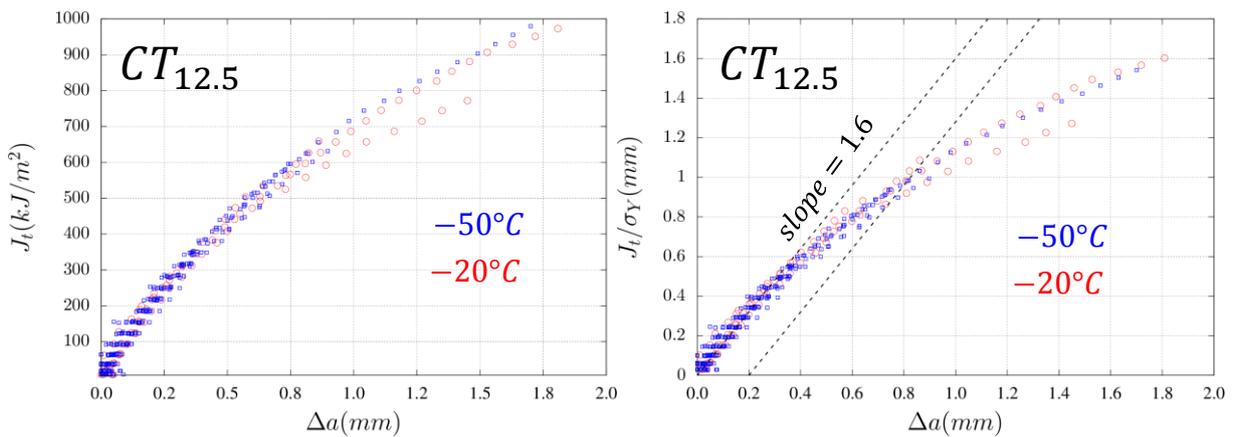


Figure 37 : Courbes  $J_t, J_t/\sigma_Y - \Delta a$  des éprouvettes  $CT_{12.5}$  à  $-20^\circ C$  et à  $-50^\circ C$ . Les droites en pointillées sont respectivement la tangente initiale des courbes (la droite d'émoussement) et le décalage de cette droite à  $\Delta a = 0.2mm$ . la droite décalée nous permet de calculer le paramètre  $J_{0.2}/\sigma_Y \approx 0.8mm$ . La pente de la tangente est 1.6 et est peu sensible à la température.

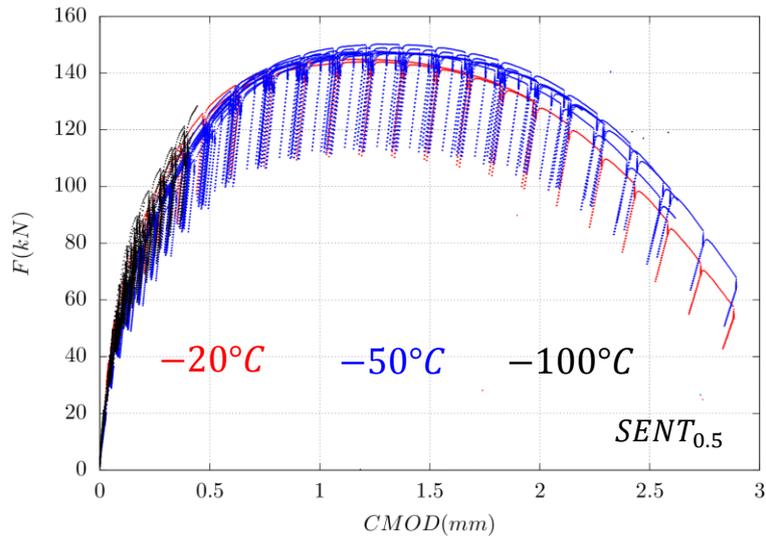


Figure 38 : Les courbes force-ouvertures des essais  $SENT_{0.5}$  qui a 50% de profondeur de défaut.

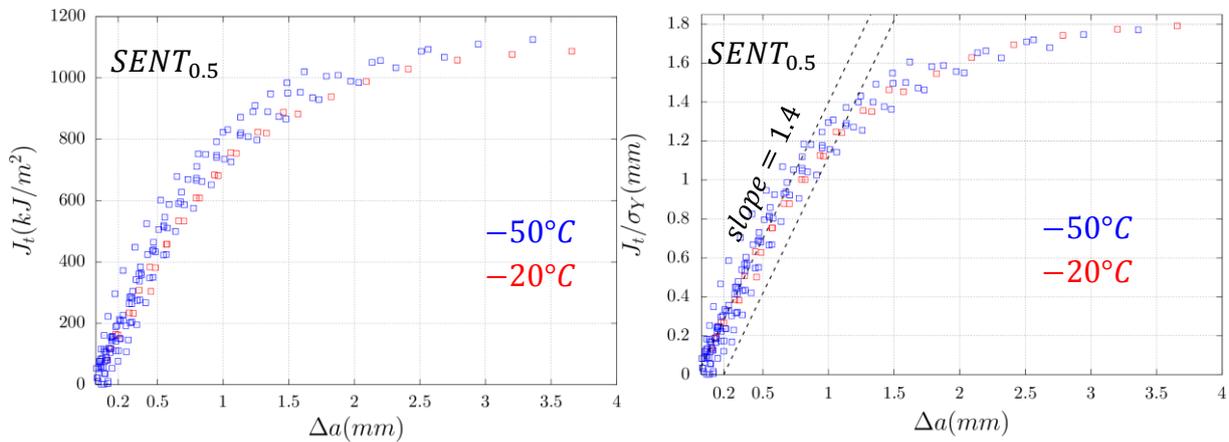


Figure 39 : Courbes  $J_t, J_t/\sigma_Y - \Delta a$  des éprouvettes  $SENT_{0.5}$  à  $-20^\circ C$  et à  $-50^\circ C$ . Les droites en pointillées sont la tangente initiale et le décalage de cette droite à  $\Delta a = 0.2mm$ . la droite décalée nous permet de calculer le paramètre  $J_{0.2}/\sigma_Y = 1.2mm$ . La pente de la tangente est 1.4 et peu sensible à la température.

On remarque que le refroidissement a un effet limité sur le niveau de force (comparaison entre  $-20^\circ C$  et  $-50^\circ C$  dans Figure 36, Figure 38). En revanche le régime de rupture est considérablement affecté par la température. À  $-150^\circ C$ , la rupture a eu lieu dans la partie linéaire de la courbe (*Linear elastic fracture*) tandis qu'à  $-100^\circ C$  la rupture a eu lieu au début de la non linéarité de la courbe (La plasticité est confinée : *Small scale yielding*). En revanche, aux deux températures  $-50^\circ C$  et  $-20^\circ C$ , la rupture a eu lieu dans la partie non linéaire de la courbe  $F - CMOD$  (*Large scale yielding*). La température favorise donc naturellement la déchirure ductile.

Les valeurs de  $J_t$  sont légèrement plus grandes à  $-50^\circ C$  qu'à  $-20^\circ C$ . La pente de la droite d'érousement et le paramètre  $J_{0.2}$  sont proportionnels à  $\sigma_Y$  et suivent la même tendance (courbes  $J_t - \Delta a$  de Figure 37, Figure 39). La normalisation de  $J_t$  par  $\sigma_Y$  ne montre pas un changement notable par rapport aux courbes  $J_t - \Delta a$  vue que les valeurs  $\sigma_Y(-50^\circ C), \sigma_Y(-20^\circ C)$  sont assez proches (Tableau 7). Néanmoins, compte tenu de la dispersion présente dans ces essais, on peut considérer que la grandeur normalisée  $J_t/\sigma_Y$  est peu sensible à la température. Il a été montré que cette grandeur est proportionnelle au *CTOD* (*Crack Tip Opening Displacement*) (Shih, 1981). Le fait que  $J_t/\sigma_Y$  est très peu sensible à la température signifie que le *CTOD* associé l'est également. Par conséquent, la ductilité (la dernière mesure du *CTOD* avant chaque déchirure) ne dépend pas de la température. Cette remarque est en accord avec les résultats des essais  $AE_\chi$  (§3.4.1). On en conclut que le processus de la déchirure ductile est

indépendant de la température ce qui nous permettra de simplifier la modélisation de l'endommagement dans le chapitre (§5.3) en adoptant des paramètres indépendants de la température. La même conclusion est relevée dans les travaux de (Rossoll, 1998; Hausild, 2002) sur les éprouvettes *Charpy*. Il a été constaté dans (Hausild, 2002) que l'évolution de longueur de la déchirure ductile  $\Delta a_{max}$  en fonction du déplacement à rupture semble être la même pour toutes les températures. L'auteur conclut que la température n'a pas d'effet sur la propagation ductile.

Finalement on note que la pente de la droite d'éroussement des éprouvettes *CT* est légèrement différente de la valeur de 2 préconisée par la norme *ASTM* (ASTM-E1820, 2001). Par ailleurs, les pentes des éprouvettes *CT* et *SENT* (Figure 37, Figure 39) sont en accord avec les résultats de la modélisation (§6) :

$$\frac{J}{\sigma_Y} = \frac{CTOD}{d_\infty} \quad (3.6)$$

Pendant l'éroussement, le *CTOD* peut-être approchée au  $\Delta a$ . La pente d'éroussement est représentée par le terme  $1/d_\infty$ . Suite aux résultats de modélisation (voir Figure 91 dans §6.2.1.1),  $d_\infty^{CT} = 0.56$  et  $d_\infty^{SENT} = 0.71$  soit une pente de 1.78 pour les *CT* et une pente de 1.4 pour les *SENT*. Ces valeurs sont proches des pentes mesurées expérimentalement sur les courbes  $J_t - \Delta a$  : 1.6 pour les *CT* et 1.4 pour les *SENT* (voir Figure 37, Figure 39).

- Analyse de l'effet de géométrie

Dans cette partie on regardera l'effet de l'épaisseur  $B$  sur les résultats des éprouvettes *CT* et l'effet de longueur de fissure  $a_0/W$  sur les résultats des éprouvettes *SENT*.

La comparaison des éprouvettes :  $CT_{12.5}$ ,  $CT_{25}$  et  $CT_{50}$  montre que la force croit en fonction de l'épaisseur tandis que l'ouverture finale décroît en fonction de celle-ci. Le moment de rupture dépend également de l'épaisseur : les éprouvettes  $CT_{50}$  rompent dans le domaine linéaire de la courbe et à une faible ouverture (~1mm) contrairement aux  $CT_{12.5}$  et  $CT_{25}$  (Figure 40).

Le classement des courbes  $F - CMOD$  des éprouvettes *CT* ( $CT_{50}$  puis  $CT_{25}$  puis  $CT_{12.5}$ ) est liée à l'épaisseur  $B$ . Une épaisseur plus grande conduit à une force plus élevée. L'augmentation de l'épaisseur produit donc les mêmes effets que le refroidissement (voir 3.4.3.1). Toutefois, l'épaisseur a un effet limité sur les valeurs de  $J_t$  comme le montre la comparaison des courbes  $J_t - \Delta a$  obtenues à  $-50^\circ C$  (Figure 42) : les éprouvettes  $CT_{12.5}$  sont légèrement plus tenaces que les  $CT_{25}$  et ont une pente initiale légèrement plus grande ( $1.6\sigma_Y$  pour  $CT_{12.5}$  et  $1.2\sigma_Y$  pour  $CT_{25}$ ). A cette température, les  $SENT_{0.5}$  sont légèrement plus tenaces que les  $CT_B$ .

Quant aux éprouvettes  $SENT_{a_0/W}$  à  $-20^\circ C$ , le niveau de force décroît en fonction de la profondeur du défaut  $a_0/W$  (Figure 41), et  $a_0/W$  a un effet remarquable sur la ténacité. D'une part, on constate que plus  $a_0/W$  est grand moins tenace est l'éprouvette ( $SENT_{0.7}$  a des valeurs faibles de  $J_t$  en comparaison avec  $SENT_{0.5}$  et  $SENT_{0.3}$  dans Figure 42,(a)). D'autre part, la pente d'éroussement est significativement plus grande pour  $SENT_{0.7}$  en comparaison avec  $SENT_{0.3}$  et  $SENT_{0.5}$ . Puisque cette pente traduit une capacité d'éroussement, on peut dire qu'un défaut profond favorise un éroussement plus important.

Globalement, la comparaison des éprouvettes  $CT_B$  et  $SENT_{0.5}$  montrent un léger effet de géométrie sur les courbes de  $J_t - \Delta a$  en général. On déduit également que l'épaisseur de l'éprouvette a peu d'effet sur les courbes de  $J_t - \Delta a$  contrairement à la profondeur du défaut qui joue un rôle important.

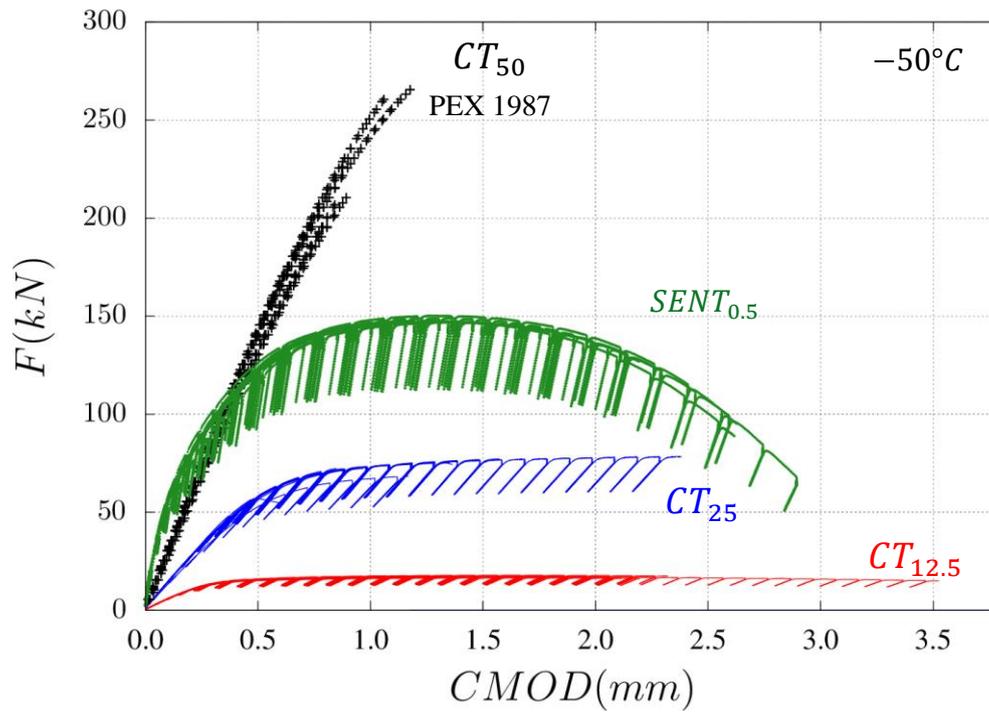


Figure 40 : Courbes Force-ouverture à  $-50^{\circ}C$  des éprouvettes  $CT_{12.5}$ ,  $CT_{25}$ ,  $CT_{50}$  et  $SENT_{0.5}$

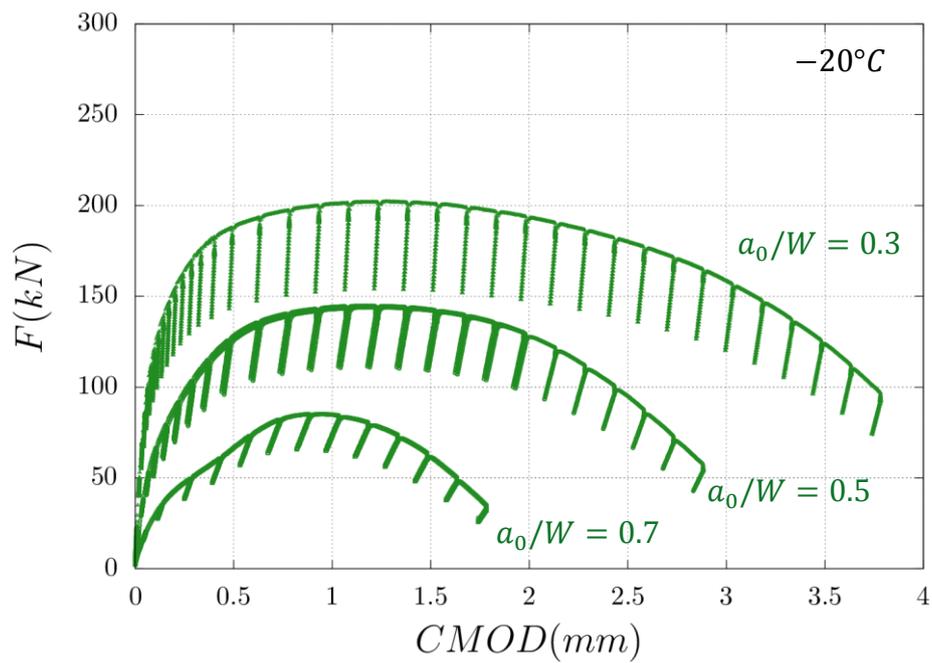


Figure 41 : Courbes Force-ouverture à  $-20^{\circ}C$  des  $SENT_{0.3}$ ,  $SENT_{0.5}$ ,  $SENT_{0.7}$ .

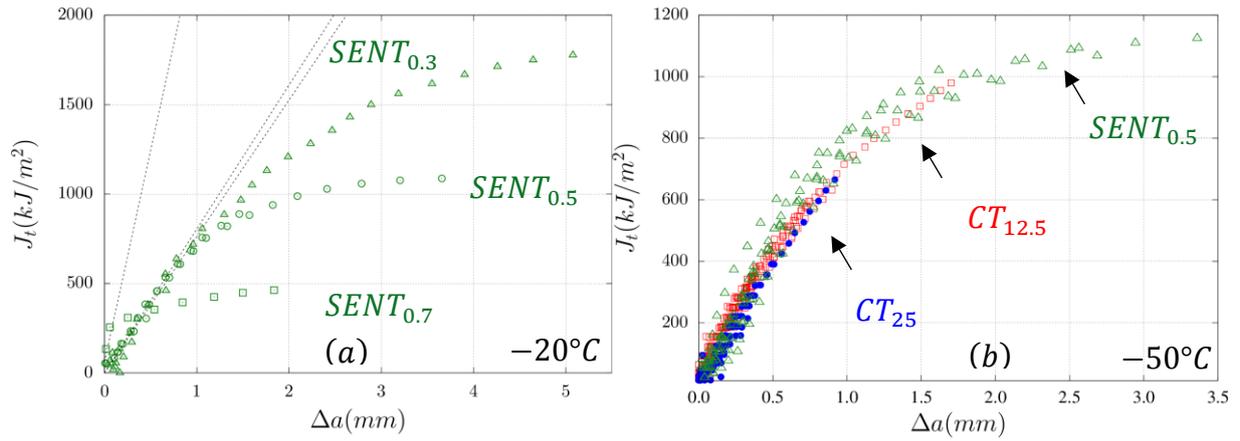


Figure 42 : (a) Comparaison des courbes  $J_t - \Delta a$  des éprouvettes  $SENT_{0.3}$ ,  $SENT_{0.5}$ ,  $SENT_{0.7}$  à  $-20^\circ\text{C}$ . Les tangentes initiales des courbes  $SENT$  sont présentées par les lignes pointillées. (b) Comparaison des courbes  $J_t - \Delta a$  des éprouvettes  $CT_{12.5}$ ,  $CT_{25}$ ,  $SENT_{0.5}$  à  $-50^\circ\text{C}$ . Les pentes initiales des courbes sont respectivement :  $1.2\sigma_Y(-50^\circ\text{C})$  pour  $CT_{25}$ ,  $1.4\sigma_Y(-50^\circ\text{C})$  pour  $SENT_{0.5}$  et  $1.6\sigma_Y(-50^\circ\text{C})$  pour  $CT_{12.5}$ .

### 3.4.3.2 Effet de température et de géométrie sur la ténacité

Globalement, la ténacité et la dispersion (sauf l'éprouvette  $CT_{50}$ ) suivent une tendance croissante en fonction de la température pour une géométrie donnée (Figure 43 et Tableau 8).

L'augmentation de la température favorise la déchirure ductile avant le clivage : toutes les éprouvettes sont rompues en fragile à  $-100^{\circ}C$  tandis que certaines éprouvettes :  $CT_{12.5}$ ,  $CT_{25}$  et  $SENT_{0.5}$  présentent de la déchirure ductile à  $-50^{\circ}C$  (voir le chapitre §4.4). Dans la Figure 43, les données représentées par une croix sont des données non valides au sens de la norme (ASTM-E1921, 2013) car elles ont une ténacité qui dépasse une limite  $K_{limit}$  et/ou une avancée de ductile de la fissure supérieure à  $\Delta a_{limit}$  avec :

$$K_{limit} = \sqrt{\frac{E^* b_0 \sigma_Y}{30}} ; \Delta a_{limit} = \min\{0.05b_0 ; 1mm\} \quad (3.7)$$

$E^* = E/(1 - \nu^2)$  et  $b_0 = W - a_0$  la taille du ligament restant.

La Figure 43 montre qu'à une température donnée, les éprouvettes  $SENT_{0.5}$  sont plus tenaces que les éprouvettes  $CT$  et que les éprouvettes  $CT_{50}$  sont moins tenaces que la  $CT_{12.5}$  et  $CT_{25}$ . En effet, les éprouvettes  $SENT_{0.5}$  présentent moins de capacité de confinement de plasticité (*Constraint effect*) par rapport aux éprouvettes  $CT$ . Ceci se traduit par une triaxialité moins élevée et conduit donc à des ténacités plus élevées de ces éprouvettes. En revanche, la triaxialité est de même ordre entre les éprouvettes  $CT_{12.5}$ ,  $CT_{25}$ ,  $CT_{50}$  et la différence entre les ténacités moyennes est principalement liée à l'effet de volume (*Scale effect*)

Les données  $K_{JC}$ ,  $\Delta a$  aussi bien que la validité de chaque essai sont résumées dans le Tableau 25 en annexe (§B.6). Ces données constitueront le point de départ pour la modélisation de la rupture fragile par clivage (§6)

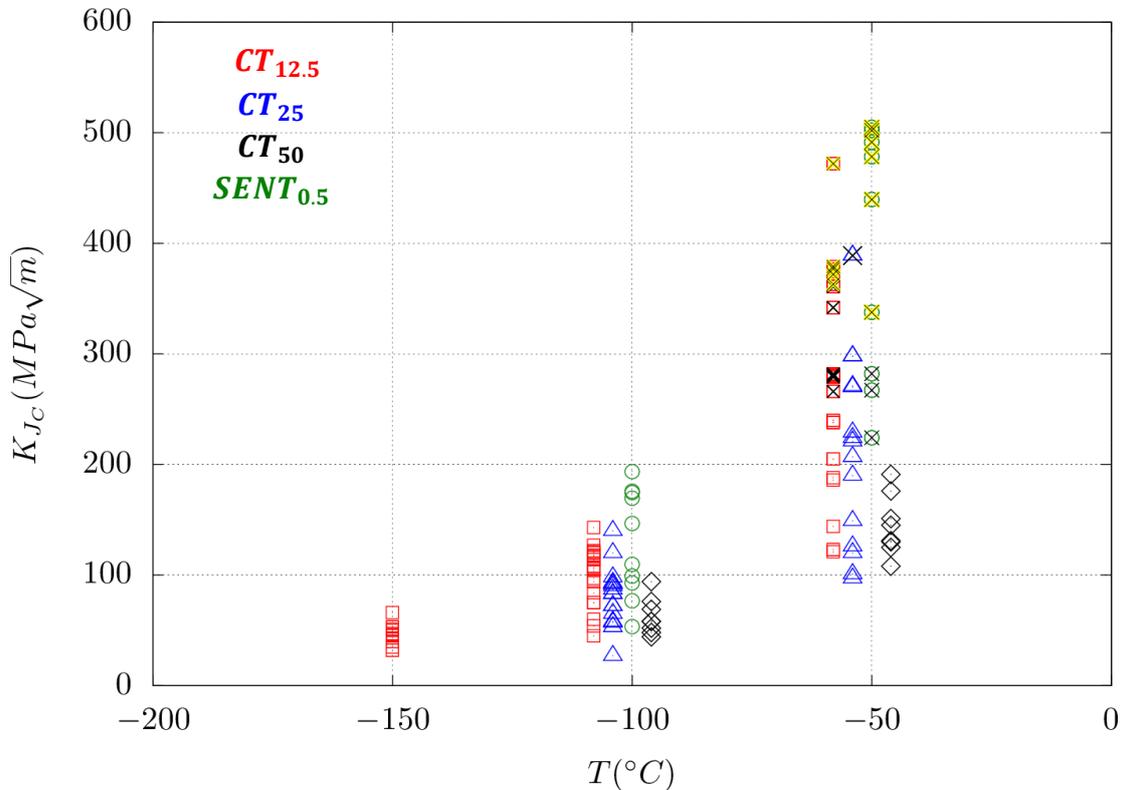


Figure 43 : Les valeurs de ténacités en fonction de la température et de type d'éprouvette. Le décalage des données en température a été fait artificiellement pour faciliter la lecture. Les points représentés par une croix noire ont un  $K_{JC} \geq K_{limit}$  tandis que ceux représentés par une croix ■ jaune ont un  $\Delta a \geq \Delta a_{limit}$ .  $K_{limit}$ ,  $\Delta a_{limit}$  sont donnés par la norme ASTM – E1921 (ASTM-E1921, 2013).

<i>CT</i>	T(°C)	Épaisseur (mm)	Entaille latérale	Nombre d'éprouvette	Ecart type/moyenne	$K_{limit}(MPa\sqrt{m})$	$\Delta a_{limit}(mm)$
<i>CT</i> <sub>12.5</sub>	-150°C	12.5	Non	12	0.185	280	0.625
	-100°C	12.5	Non	20	0.258	257	0.625
	-50°C	10	0.8B	21	0.342	245	0.625
<i>CT</i> <sub>25</sub>	-100°C	25	Non	16	0.323	363	1.0
	-50°C	20	0.8B	14	0.391	347	1.0
<i>CT</i> <sub>50</sub>	-100°C	50	Non	8	0.248	514	1.0
	-50°C	50	Non	8	0.178	491	1.0
<b><i>SENT</i></b>							
$a_0/W = 0.5$	-100°C	27	0.9B	10	0.358	199	0.375
	-50°C	27	0.9B	8	0.283	190	0.375

Tableau 8 : Tableau qui résume le nombre d'éprouvettes testées et la dispersion relative liée à la ténacité. La dispersion relative est définie comme le rapport entre l'écart type et la valeur moyenne.  $K_{limit}$  Désigne la limite donnée par la norme (ASTM-E1921, 2013)

#### 3.4.4 Conclusion partielle sur éprouvettes fissurées

Dans cette première analyse expérimentale des éprouvettes *CT* et *SENT*, les effets de la température et de la géométrie sur les courbes  $J_t - \Delta a$  et sur les ténacités ont été étudiés.

On a montré un effet limité de la géométrie sur les courbes  $J_t - \Delta a$  des éprouvettes *CT* et *SENT* ayant un ratio  $a_0/W$  fixe. En revanche, l'effet du paramètre  $a_0/W$  est notable sur les éprouvettes *SENT*, et on a pu constater que l'éprouvette est plus tenace lorsque le ratio  $a_0/W$  est moins élevé.

On a montré également que la ductilité exprimée par la grandeur  $J_t/\sigma_Y$  est peu sensible à la température ce qui est en accord avec nos résultats précédents sur les éprouvettes non fissurées. Ceci signifie que le processus de déchirure ductile de la fissure est peu sensible à la température. Cette remarque nous permettra de décrire l'endommagement ductile à l'aide des paramètres indépendants de la température (voir chapitre §1).

Finalement, les résultats des ténacités en fonction de la température montrent globalement une dispersion croissante et une augmentation de la ténacité moyenne en fonction de la température ce qui est typique dans la zone de transition ductile-fragile. On a également constaté deux effets classiques dans cette zone : l'effet de volume (*Scale effect*) et l'effet de l'état de confinement (*Constraint effect*). D'une part, la ténacité moyenne d'un échantillon réduit en fonction de son épaisseur ce qui se traduit par un effet de volume sur la rupture et d'une autre part, les éprouvettes *SENT*<sub>0,5</sub> sont plus tenaces que les éprouvettes *CT* à cause de leur état de confinement relativement moins élevé (*Low Constraint effect*). On présentera plus de détails sur ces deux effets dans la partie de modélisation du clivage (Chapitre §6)

### 3.5 Conclusion Globale

Dans cette étude expérimentale notre matériau d'étude, l'acier 18MND5, a tout d'abord été présenté. La base de données, constituée d'essais issus de programmes expérimentaux antérieurs et de nouveaux essais effectués dans le cadre de la thèse, a ensuite été détaillée. Les nouveaux essais sont classés en deux catégories : les éprouvettes non fissurées  $TC_6, AE_\chi, DP - DP_\eta$  et les éprouvettes fissurées  $CT_B, SENT_{a_0/W}$ .

L'analyse des résultats expérimentaux a permis d'étudier l'effet de la température et de la géométrie sur le comportement et sur la rupture. Pour les éprouvettes non fissurées, l'existence d'une courbe maîtresse indépendante de la température est mise en évidence permettant de simplifier considérablement la modélisation de la loi élastoplastique dans la suite (voir partie §5.1 du chapitre §1). Ensuite on a montré sur les éprouvettes non fissurées aussi bien que sur les éprouvettes fissurées que la ductilité est indépendante de la température ce qui permettra de simplifier par la suite la modélisation de l'endommagement ductile en utilisant des paramètres indépendants de la température (voir partie §5.3 du chapitre §1). Enfin, un effet de volume (*Scale Effect*) et un effet de l'état de confinement (*Constraint effect*) sont constatés sur les valeurs de ténacités qui seront étudiés en détails dans le chapitre modélisation du clivage (§6).

Dans le chapitre suivant, on présentera une étude fractographique des faciès de rupture ayant pour objectif d'une part d'évaluer les effets de la température et de la géométrie sur l'endommagement ductile, et d'une autre part, de distinguer les éprouvettes rompues uniquement en clivage qui serviront de base à la modélisation du clivage dans la suite (voir chapitre §6).