
**Analyse globale et analyse par phase du comportement de
l'acier 16MND5**

Sommaire

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

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

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

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

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

I.1. Analyse microstructurale

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

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

a) Les grains

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

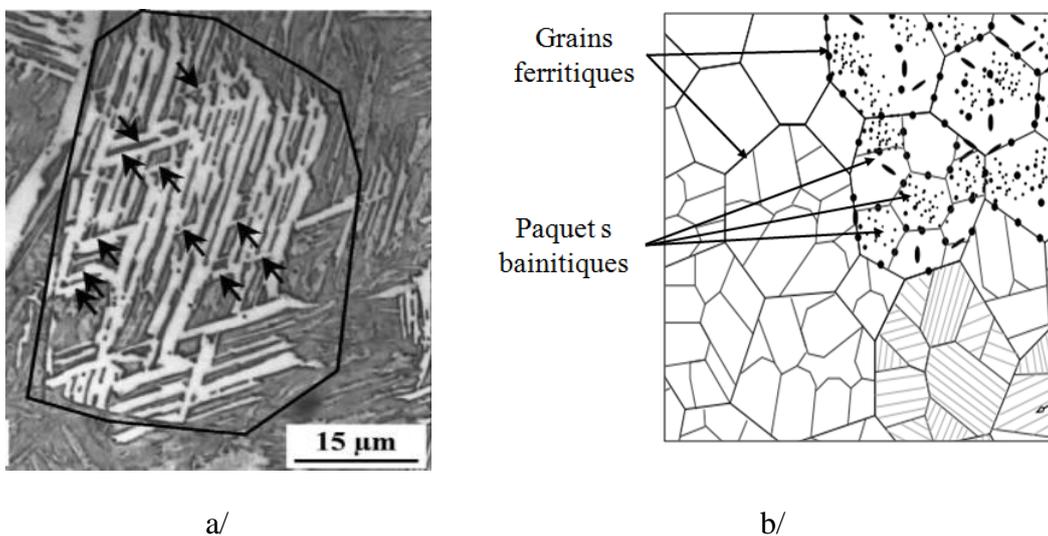


Figure I-1. a/ Microstructure bainitique observée au MEB [(Lambert-Perlade, 2004)] -
b/ Représentation schématique des grains de l'acier 16MND5 [(Mathieu, 2006)]

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

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

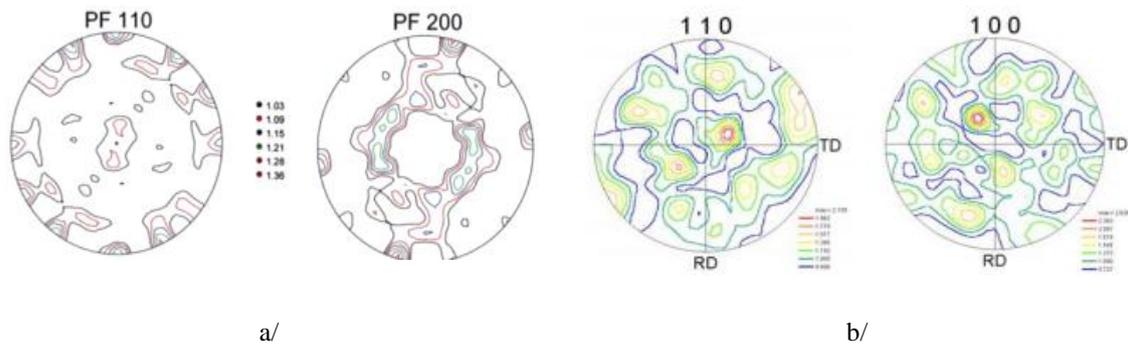


Figure I-2. Figures de pôles {110}, {200} et {100} de l'acier 16MND5 - a/ DRX - b/ EBSD - [(Sekfali, 2004)]

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

b) La ferrite

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

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

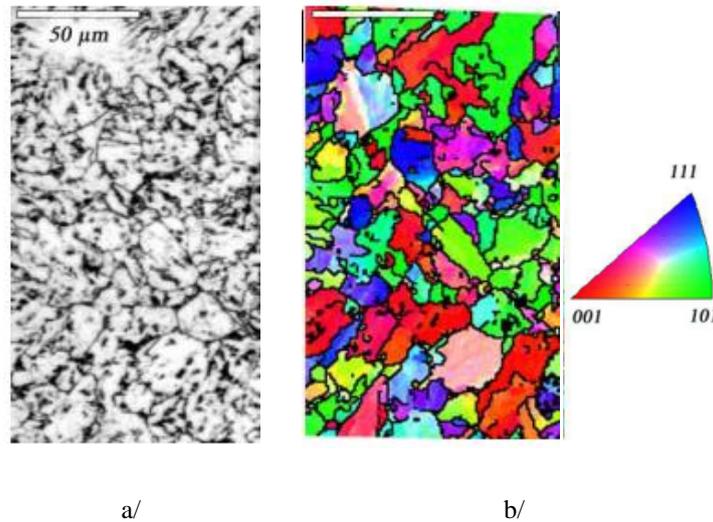


Figure I-3. Morphologie des lattes ferritiques dans l'acier 16MND5 - a/ Micrographie MEB - b/ Cartographie EBSD correspondante - [(Mathieu, 2006)]

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

c) Les inclusions MnS

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

d) La cémentite

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

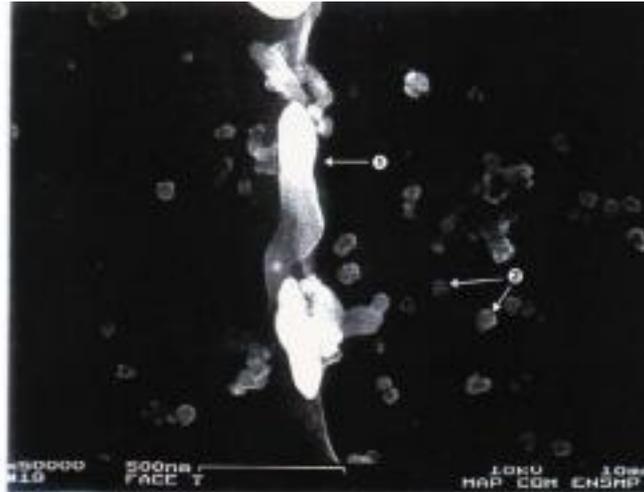


Figure I-4. Carbures de fer observés au joint de grains - [(Carassou, 1999)]

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

I.2. Caractéristiques macroscopiques

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

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

I.2.1 Résilience

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

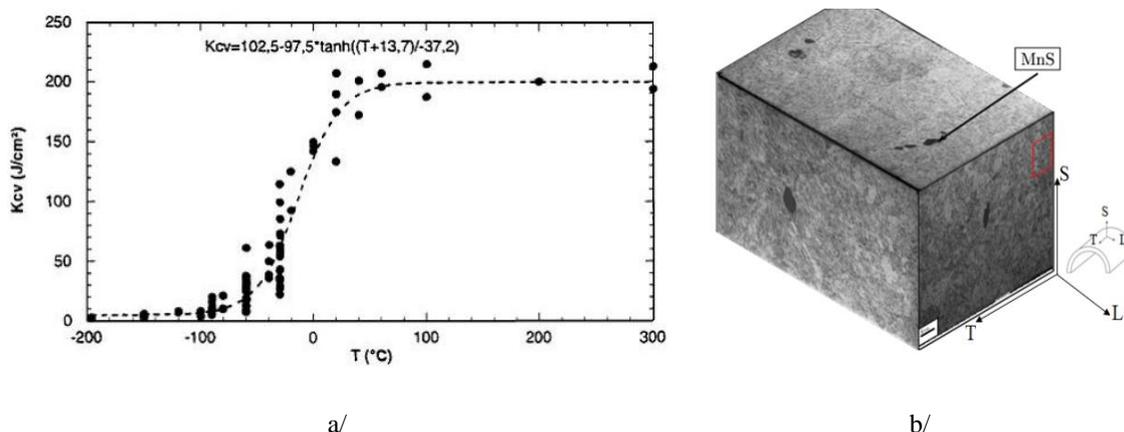


Figure I-5. a/ Courbe de résilience enregistrée dans sens L-T (sens du laminage) - b/ Sens de prélèvement des échantillons - acier 16MND5 - [(Renevey, 1998)]

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

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

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

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

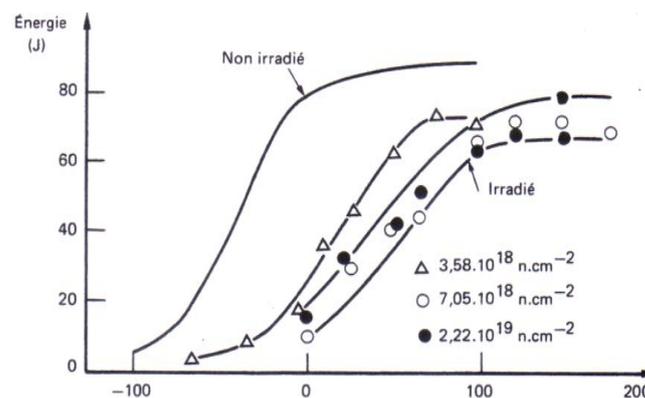


Figure I-6. Evolution de la zone de transition fragile-ductile avec l'état d'irradiation - [(Lemaignan, 2004)]

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

I.2.2 Comportement en traction quasi-statique

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

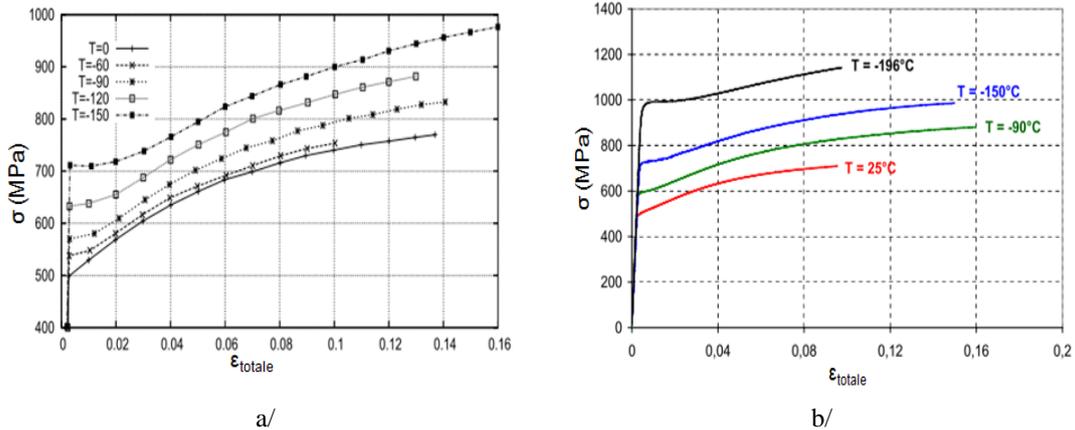


Figure I-7. Courbes rationnelles de l'acier 16MND5 obtenues en traction quasi-statique, à différentes températures - a/ Travaux de Renevey [(Renevey, 1998)] - b/ Travaux de Libert [(Libert, 2007)]

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

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

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

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

I.3.1 Le clivage (rupture intragranulaire)

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

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

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

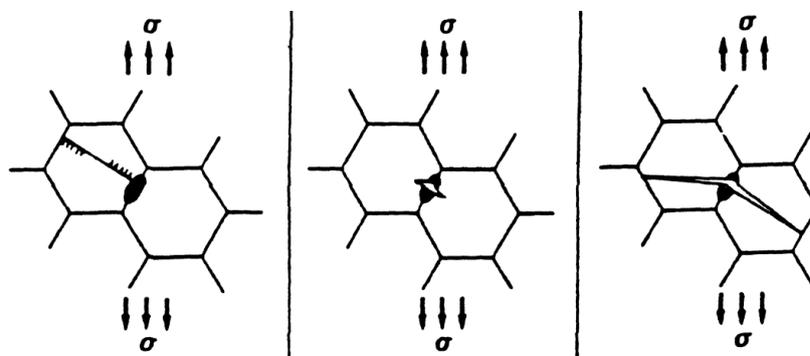


Figure I-8. Les différentes étapes de la rupture par clivage - [(Wallin, 1984)]

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

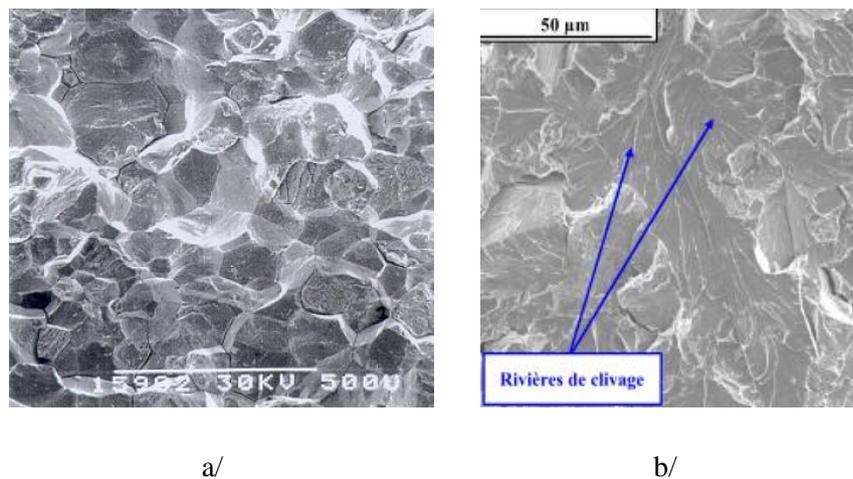


Figure I-9. Faciès de rupture fragile dans l'acier 16MND5 -
a/ Clivage et rupture intergranulaire [(Yahya, 1997)] - b/ Clivage [(Pesci, 2004)]

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

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

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

a) Les lattes ferritiques

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

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

b) Influence de l'orientation sur le clivage

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

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

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

c) Les inclusions MnS

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

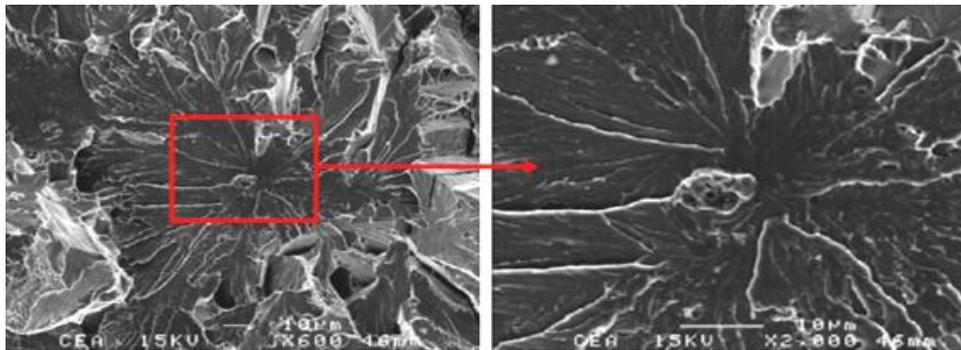


Figure I-10. Site d'amorçage dans l'acier 16MND5 : inclusion MnS - [(Libert, 2007)]

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

d) Les inclusions Fe₃C

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

l'acier 16MND5 sont rendues difficiles par leur taille réduite (100 nm) et leur faible fraction volumique (2 %). Zhang et al. [(Zhang, 1986)] ont travaillé sur une nuance d'acier proche de l'acier 16MND5 et les faciès examinés ont été obtenus suite à des essais effectués à basse température. Les observations réalisées au MEB n'ont pas mis en évidence d'amorçage du clivage sur les carbures. En utilisant un modèle micromécanique associé à des observations microstructurales, Pineau et al. [(Pineau, 2010)] ont montré que l'amorçage de la rupture fragile est relatif au clivage des particules de Fe_3C et/ou de MnS . Cette étape est gouvernée par une contrainte critique σ_c atteinte pour des tailles de défauts critiques de l'ordre de 0,1 à 1 μm , ce qui correspond à la taille moyenne de carbures présents dans l'acier 16MND5. Les auteurs [(Zhang, 1986), (Pineau, 2010)] n'ont cependant pas constaté de carbures cassés lors de leurs études fractographiques. Par conséquent, l'amorçage du clivage sur les carbures de fer reste encore une question ouverte.

I.4. Comportement phase à phase

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

I.4.1 Comportement de la ferrite

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

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

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

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

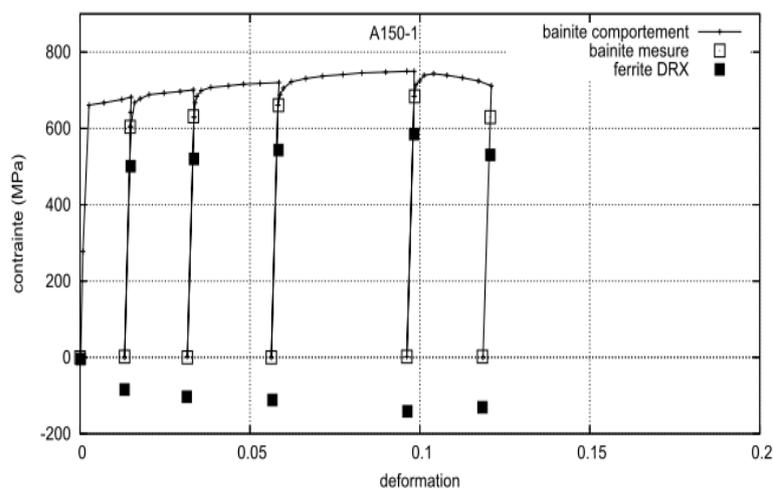


Figure I-11. Distribution des contraintes par phase dans l'acier 16MND5 à -150 °C -
[(Mathieu, 2006)]

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

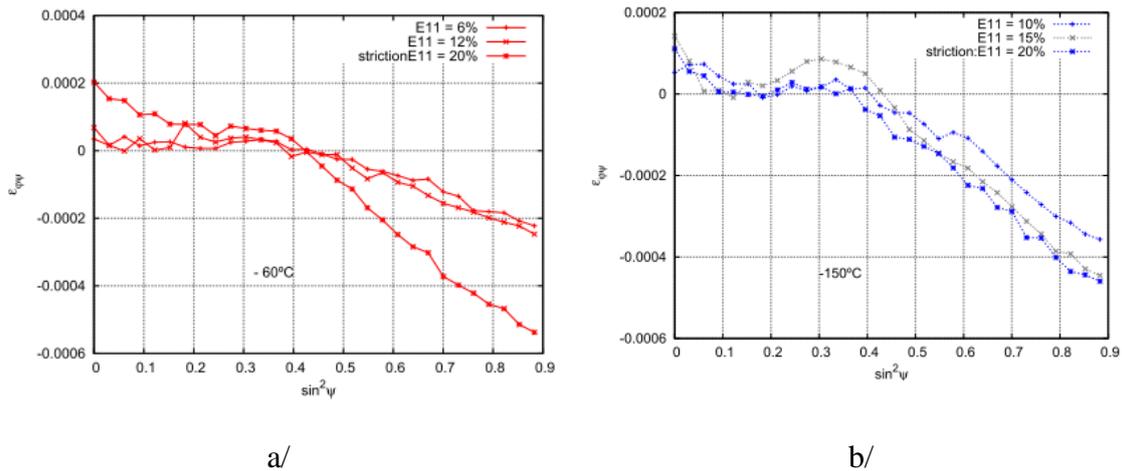


Figure I-12. Hétérogénéité des déformations dans l'acier 16MND5 après décharge - a/ T=-60 °C - b/ T=-150 °C - [(Mathieu, 2006)]

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

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

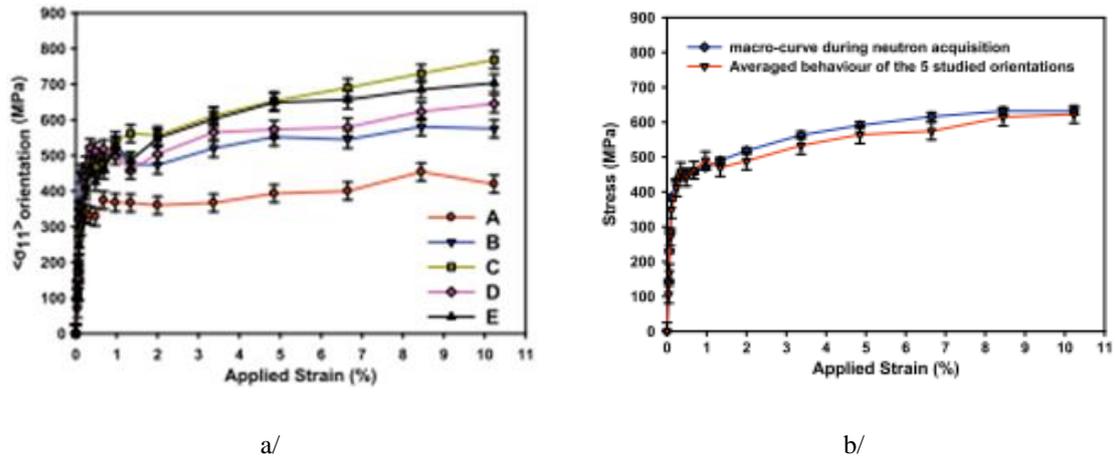


Figure I-13. a/ Comparaison des contraintes atteintes selon différents plans/orientations - b/ Comparaison entre la contrainte macroscopique et la moyenne des contraintes ferritiques - [(Dakhlaoui, 2010)]

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

I.4.2 Comportement de la cémentite (approche indirecte)

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

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

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

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

$\sigma_{\text{macroscopique}}$ est la contrainte macroscopique. σ_{Fe} et $\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$ sont les contraintes déterminées respectivement dans la ferrite et la cémentite. f_{Fe} et $f_{\text{Fe}_3\text{C}}$ sont les fractions volumiques relatives à chaque phase.

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

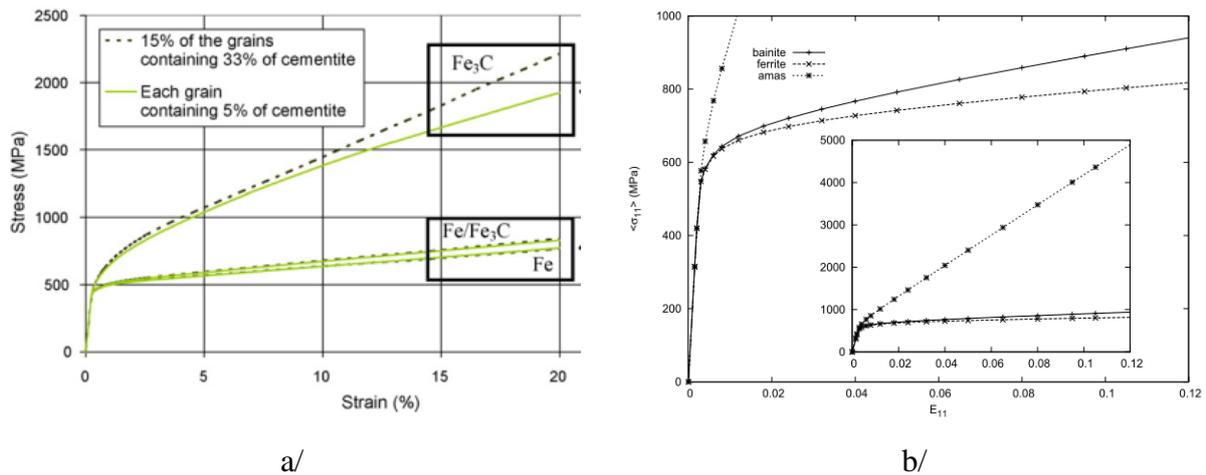


Figure I-14. Répartition des contraintes par phase dans l'acier 16MND5 -
 a/ T=-60 °C [(Pesci, 2009)] - b/ T=-150 °C [(Mathieu, 2010)]

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

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

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

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

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

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

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

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

I.5.1 Déformations/contraintes dans la cémentite

a) Déformations élastiques

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

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

b) Contraintes

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

- les contraintes normale σ_{33} et transverse σ_{22} sont infiniment petites devant la contrainte axiale, sens de la mesure : $\sigma_{22} = \sigma_{33} = 0$
- les constantes d'élasticité radiocristallographiques S_1 et $1/2 S_2$ sont considérées identiques pour les deux phases de l'acier : E et ν relatifs à la ferrite et la cémentite sont identiques

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

Références	f_{Fe_3C}	$\sigma_{appliquée}$ (MPa)	$\sigma_{ferrite}$ (MPa)	σ_{Fe_3C} (MPa)
[(Van-Acker, 1996)]	12 %	(résiduelle)	/	2300
[(Oliver, 2004)]	20 %	595	420	1230

Tableau I-3. Estimation des contraintes dans la cémentite par diffraction des neutrons par la méthode des $\sin^2\psi$

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

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

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

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

$\varepsilon_{\text{appliquée}} (\%)$	$\sigma_{\text{macro}} (\text{MPa})$	$\sigma_{\text{ferrite}} (\text{MPa})$	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}} (\text{MPa})$
0,2	720	710	670
0,7 (palier de Luders)	720	420	980
6,2 (déformation maximale)	1060	460	1630

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

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

I.5.2 Anisotropie de la cémentite

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

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

L'anisotropie élastique (anisotropie relative au domaine élastique) de la cémentite a été mise en évidence par Nikolussi et al. [(Nikolussi, 2008)]. Les auteurs ont utilisé l'analyse monocristalline combinée à des travaux expérimentaux (analyse de contrainte par DRX). Leurs résultats montrent que les constantes élastiques (CER) S_1 et $\frac{1}{2} S_2$ déterminées sont fortement anisotropes. Par conséquent, les CER dépendent du plan (hkl) considéré ; un rapport de l'ordre de 1,7 est relevé entre les constantes du plan le plus rigide et celles du plan le moins rigide.

I.5.3 Elasticité de la cémentite

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

I.6. Contribution des travaux envisagés

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

A l'échelle de la phase ferritique, de nombreux travaux numériques et expérimentaux ont montré que les grains présentent une anisotropie locale (anisotropie par plan) qui se traduit

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

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

Ces mêmes travaux ont souligné un manque de compréhension au niveau de certains comportements des carbures. L'isotropie de la cémentite est supposée dans certains travaux [(Oliver, 2004)]. Par ailleurs, d'autres travaux ont montré que cette phase présente un comportement anisotrope qui se traduit par la variation des CER (S_1 et $\frac{1}{2} S_2$) par plan : certains plans sont plus rigides que d'autres [(Nikolussi, 2008), (Weisser, 2011)]. Egalement, le comportement purement élastique des carbures est remis en question dans bon nombre de recherches [(Van-Acker, 1996), (Bonner, 1997), (Weisser, 2011)], lors desquelles un élargissement des pics de cémentite sous la sollicitation est observé. Ce phénomène peut être lié à une activité plastique voire même à un endommagement des carbures. Récemment, les approches locales (modèles micro/macro), utilisées pour prédire l'endommagement de l'acier 16MND5, ont souligné le rôle des inclusions de cémentite dans l'amorçage du clivage [(Pineau, 2010)]. A ce stade, une meilleure compréhension du comportement des carbures et des interactions ferrite/cémentite est nécessaire, afin d'apporter des éléments essentiels pour l'enrichissement des modèles et codes de calcul utilisés pour prédire les risques de rupture fragile dans les cuves des réacteurs REP.

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

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

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

