
Comportement macroscopique des aciers bainitiques

Sommaire

III. Comportement macroscopique des aciers bainitiques	73
Introduction	75
III.1. Matériaux de l'étude	76
III.1.1 Acier 16MND5	76
III.1.2 Acier 2C40	80
III.1.3 Répartition des carbures.....	81
III.2. Comportement en traction quasi-statique et dynamique	82
III.2.1 Comportement macroscopique de l'acier 16MND5	83
III.2.2 Comportement macroscopique de l'acier 2C40.....	86
III.3. Distribution des contraintes par phase.....	90
III.3.1 Contrainte dans la ferrite de l'acier 16MND5	90
III.3.2 Contrainte dans la ferrite de l'acier 2C40	93
III.3.3 Contrainte dans la cémentite (approche indirecte)	94
III.3.4 Discussion	97

Introduction

Dans nos travaux, deux aciers bainitiques sont étudiés dans le domaine de température [-196 °C, 22 °C]. Les différentes techniques expérimentales présentées précédemment dans le chapitre II, sont utilisées dans le but de caractériser ces aciers à différentes échelles.

Ce chapitre est consacré au comportement macroscopique des aciers de l'étude. On y trouve dans un premier lieu, la présentation de chacun (acier 16MND5 et acier 2C40), puis leurs caractéristiques mécaniques obtenues suite à des essais quasi-statiques, dynamiques et in situ en DRX sont présentées. Les effets de la microstructure sur le comportement mécanique sont ainsi soulignés, notamment le rôle de la cémentite : fraction volumique, taille et répartition des carbures. Il s'agit ici des principales différences entre les deux matériaux.

III.1. Matériaux de l'étude

La caractérisation expérimentale de l'acier 16MND5 a fait l'objet principal de nos recherches. Cependant, du fait des difficultés d'analyse de contrainte par phase, liées principalement à la faible fraction volumique de la cémentite contenue dans cet acier, un deuxième matériau a été étudié en parallèle des études menées sur l'acier de cuve : c'est l'acier 2C40. Ce dernier présente l'avantage d'une fraction volumique de cémentite trois fois plus importante que celle de l'acier 16MND5, aidant ainsi à l'acquisition des données relatives à cette phase.

III.1.1 Acier 16MND5

a) Matériau

L'acier 16MND5 fourni par le groupe EDF est le même acier, que celui étudié précédemment par Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)]. Son traitement thermique a été présenté dans le chapitre I. Le matériau présente une microstructure bainitique supérieure et n'a reçu aucun traitement thermique après réception.

La fraction volumique de cémentite contenue dans l'acier 16MND5 a pu être déterminée en diffraction des neutrons sur la ligne G4.1 au CEA (Commissariat à l'Energie Atomique) de Saclay. La longueur d'onde λ utilisée est de 2,43 Å. Les spectres de diffraction obtenus sur un angle 2θ allant de 0 ° à 90 ° ont été traités par raffinement de type Rietveld. Un des spectres issus de l'analyse est exposé sur la figure III-1 : compte tenu de la faible fraction volumique de la cémentite présente dans l'acier 16MND5, l'intensité des pics de cémentite est beaucoup plus faible que celle des pics de ferrite.

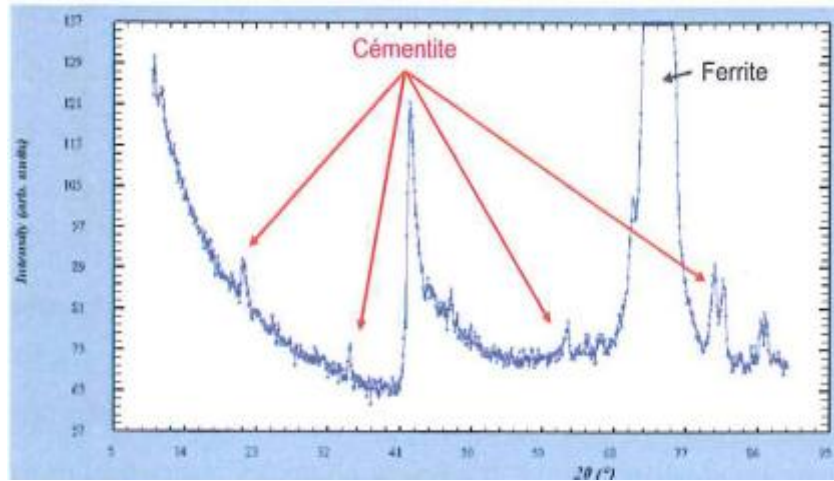


Figure III-1. Spectre utilisé pour le dosage de phase (fraction volumique de cémentite) ; analyse effectuée par le CEA de Saclay - acier 16MND5

Un dosage de phase a pu être effectué. La fraction volumique de cémentite a été estimée à 2,1 % avec une incertitude de mesure de $\pm 0,2$ %. Cette valeur est en accord avec les résultats de Dakhlaoui et al. [(Dakhlaoui, 2010)] et est prise en compte dans nos travaux pour la détermination des contraintes par DRX dans la cémentite.

b) Observations microstructurales

Pour permettre leurs observations, les échantillons sont polis mécaniquement avec du papier abrasif et de la pâte diamantée jusqu'à une granulométrie de 1 μm , puis subissent une attaque chimique au Nital 2 % afin de révéler leur microstructure. Pour les analyses EBSD, un polissage électrolytique supplémentaire est indispensable afin d'éliminer tous les effets d'érouissage survenus lors du polissage mécanique.

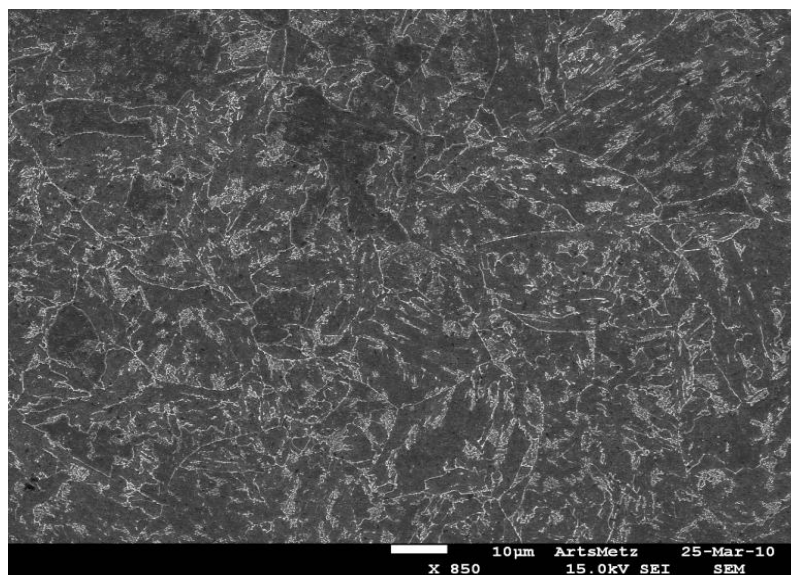
La microstructure de l'acier 16MND5 observée dans nos échantillons reste globalement conforme à celle évoquée dans de nombreuses références : Renevey [(Renevey, 1998)], Bugat [(Bugat, 2000)] et dernièrement Nguyen [(Nguyen, 2010)]. Quelques différences sont cependant à noter au niveau de la taille des grains (figure III-2-a) : on constate que la détermination de la taille des grains ferritiques est rendue délicate par la difficulté de distinguer les joints de grains des anciens grains austénitiques, des joints formés entre les paquets bainitiques. Nos observations montrent une taille moyenne de 40 μm , proche de

celles annoncées dans la littérature. Cette donnée est précisée à titre indicatif dans tableau III-1.

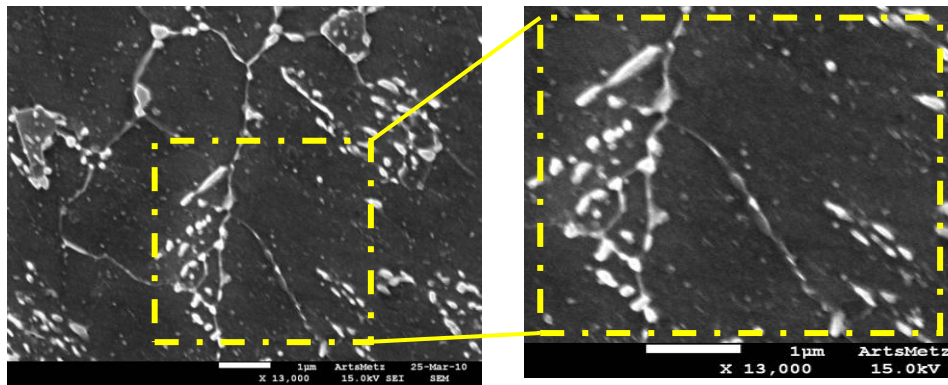
<u>Référence</u>	<u>Taille de l'ancien grain austénitique</u>
[(Tanguy, 2001)]	20 - 30 μm
[(Pesci, 2004)]	~ 50 μm
[(Sekfali, 2004)]	50 - 100 μm
Nos travaux actuels	~ 40 μm

Tableau III-1. Taille de l'ancien grain austénitique - acier 16MND5

Le microscope électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à une bonne résolution d'image. Avec un canon FEG (effet de champ), on arrive même à discerner clairement les différents carbures malgré leur taille submicrométrique (figures III-2-b et III-2-c).



a/



b/

Figure III-2. a/ Micrographie MEB-FEG de l'acier 16MND5 - b/ Observations des précipités de cémentite par MEB-FEG

L'utilisation de l'EBSD permet de mieux mettre en évidence la complexité de la microstructure observée. Les cartographies réalisées montrent bien la présence de lattes de ferrite dont l'observation est difficile en microscopie. Leur taille varie en épaisseur et en largeur, entre 5 et 15 µm (figure III-3).

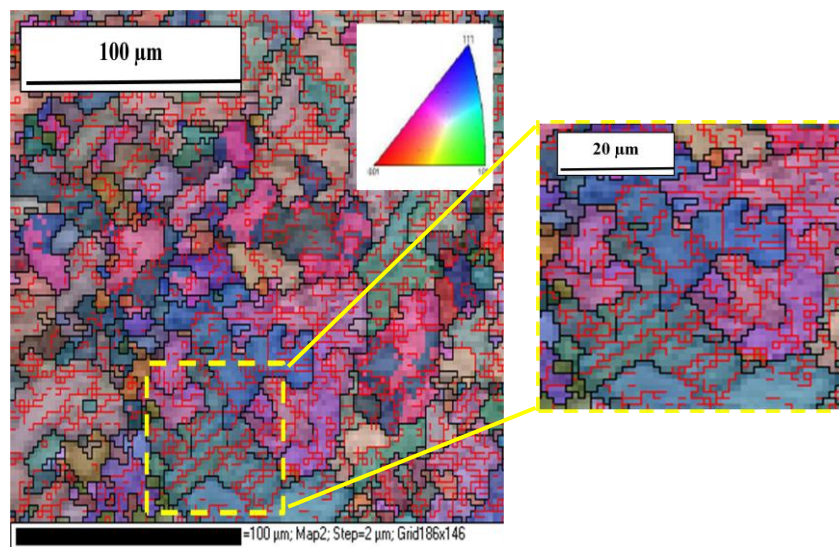


Figure III-3. Cartographie EBSD indiquant la morphologie des lattes de ferrite - acier 16MND5 (désorientation entre joints de grains 12° , entre lattes 4°)

Dans les échantillons examinés, les inclusions de manganèse MnS semblent être beaucoup moins fréquentes en comparaison avec d'autres études microstructurales de l'acier de cuve [(Mathieu, 2006), (Libert, 2007)] : quelques inclusions isolées, majoritairement de forme

longitudinale, ont tout de même pu être observées. Cela justifie que l'on néglige l'influence de ces inclusions dans la détermination indirecte de la contrainte dans la cémentite.

III.1.2 Acier 2C40

a) Matériau

L'acier 2C40 a été fourni par le groupe ArcelorMittal. Sa composition chimique est présentée dans le tableau III-2.

C	Mn	Si	P et S
0,4	0,7	0,10 - 0,40	< 0,035

Tableau III-2. Composition chimique de l'acier 2C40 (% massique - complément en fer)

Il s'agit d'un acier modèle utilisé dans le cadre de l'ANR CAT SIZE, projet de recherche mené au sein du laboratoire LEM3 en collaboration avec Arcelor-Research et axé sur l'effet de taille de carbures sur le comportement des polycristaux [(Taupin, 2010)]. Cet acier est également adapté pour servir de matériau modèle dans la présente étude car la taille des précipités de cémentite et leur fraction volumique sont plus importantes dans cet acier que dans la l'acier 16MND5.

b) Observations microstructurales

L'acier 2C40 a été traité thermiquement par son fournisseur (ArcelorMittal) de manière à contrôler les tailles de carbures qu'il contient : il s'agit d'une austénitisation à 900 °C pendant 5 heures, suivie d'une trempe et d'un revenu à 690 °C pendant 60 heures. Le traitement conduit à une microstructure bainitique avec des précipités de cémentite dont la taille est environ 10 fois plus grande que celle des précipités présents dans l'acier 16MND5.

Un dosage de phases a été effectué par le CEA de Saclay, dans les mêmes conditions que l'acier de cuve : il conduit à une fraction volumique de cémentite de $5,7 \pm 0,2$ %, soit pratiquement 3 fois plus importante que celle déterminée pour l'acier de cuve.

La microstructure de l'acier observée au MEB et une cartographie EBSD sont présentées dans la figure III-4. La taille des grains ferritiques est mieux définie, en comparaison avec l'acier de cuve. Elle varie entre 4,5 et 8,5 μm , avec une valeur moyenne de 6 μm : il n'y a pas de sous-structures ou sous-joints. Mises à part la ferrite et la cémentite, aucune autre population n'a pu être identifiée parmi les entités microstructurales de cet acier.

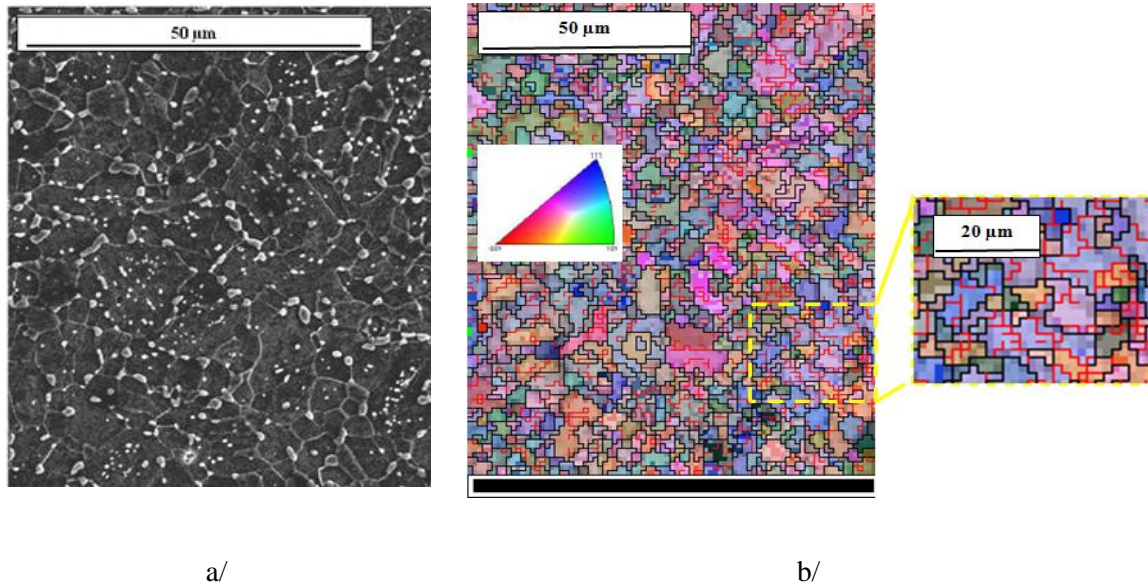


Figure III-4. a/ Microstructure de l'acier 2C40 observée au MEB - b/ Cartographie EBSD (désorientation entre joints de grains 12 °, entre lattes 4 °)

L'examen microstructural des deux aciers souligne les différences entre les deux bainites : la morphologie de la matrice ferritique est beaucoup plus complexe dans le cas de l'acier 16MND5, la fraction volumique de la cémentite est 2,1 % pour l'acier 16MND5 et 5,7 % pour l'acier 2C40 et la taille/distribution des carbures au sein de la matrice est différente également.

III.1.3 Répartition des carbures

La répartition de la taille des carbures a été déterminée par analyse d'images pour les deux matériaux. Pour l'acier 16MND5, l'étude statistique montre que les carbures sont majoritairement intragranulaires, à hauteur de 93 %, et se présentent groupés en amas/cluster. Leur taille moyenne est de $0,14 \pm 0,04 \mu\text{m}$, mais ils peuvent toutefois atteindre jusqu'à $0,90 \pm 0,04 \mu\text{m}$ lorsqu'ils sont isolés, intergranulaires et de forme longitudinale. Les carbures

de l'acier 2C40 sont dans la plupart des cas isolés : leur taille moyenne est de $0,7 \pm 0,1 \mu\text{m}$. Les carbures intergranulaires sont les plus gros, avec une taille maximale de $3,8 \pm 0,1 \mu\text{m}$: ils représentent 40 % de la totalité des carbures présents dans cet acier. Les carbures les plus petits sont majoritairement intragranulaires (60 %) : leur taille moyenne est $0,2 \pm 0,1 \mu\text{m}$. La figure III-5 résume les principales caractéristiques spécifiques à la taille et la répartition des carbures présents dans les deux aciers de l'étude. Les principales différences entre les deux microstructures étudiées sont ainsi mises en évidence.

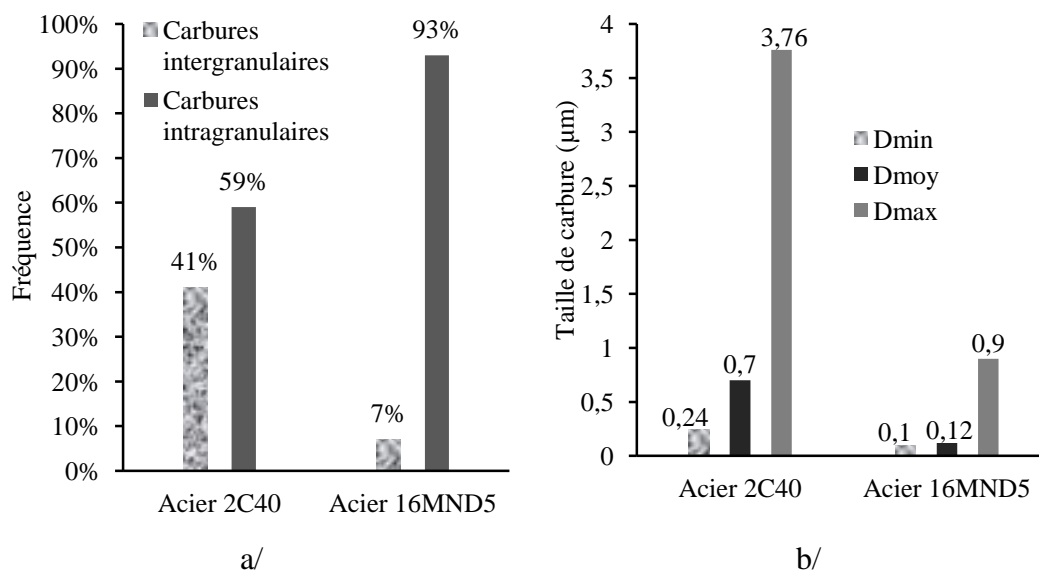


Figure III-5. Caractéristiques microstructurales des carbures présents dans les aciers de l'étude
 - a/ Répartition des carbures - b/ Distribution des tailles de carbures

Dans les travaux présentés par la suite, nous caractériserons les deux aciers de la même façon, afin de pouvoir les comparer. Cette démarche a pour but de mieux comprendre le rôle joué par la morphologie et la fraction volumique des carbures sur le comportement thermomécanique de ces deux matériaux.

III.2. Comportement en traction quasi-statique et dynamique

Dans l'objectif de déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux de l'étude (limite élastique R_e , résistance mécanique R_m et mode de rupture) et de mettre en évidence l'influence de la température et de la vitesse de chargement sur le comportement

mécanique de chacun, des essais de traction quasi-statique et dynamique ont été conduits à différentes températures.

III.2.1 Comportement macroscopique de l'acier 16MND5

a) Essais de traction quasi-statique

Les courbes rationnelles de l'acier 16MND5 obtenues à différentes températures sont représentées dans la figure III-6. Conformément à ce qui est attendu, on remarque que la limite d'élasticité R_e et la résistance à la traction R_m augmentent lorsque la température diminue. La limite d'élasticité R_e est de 480 MPa à température ambiante, puis atteint respectivement 650 MPa, 700 MPa et 920 MPa à -130 °C , -150 °C et -196 °C . La résistance mécanique R_m qui est de 670 MPa à température ambiante, atteint successivement 920 MPa à -130 °C , 950 MPa à -150 °C et 1090 MPa à -196 °C . Tous les essais n'ayant pas pu être réalisés avec extensomètre, nous nous limiterons à commenter l'influence de la température sur la limite d'élasticité et la résistance mécanique.

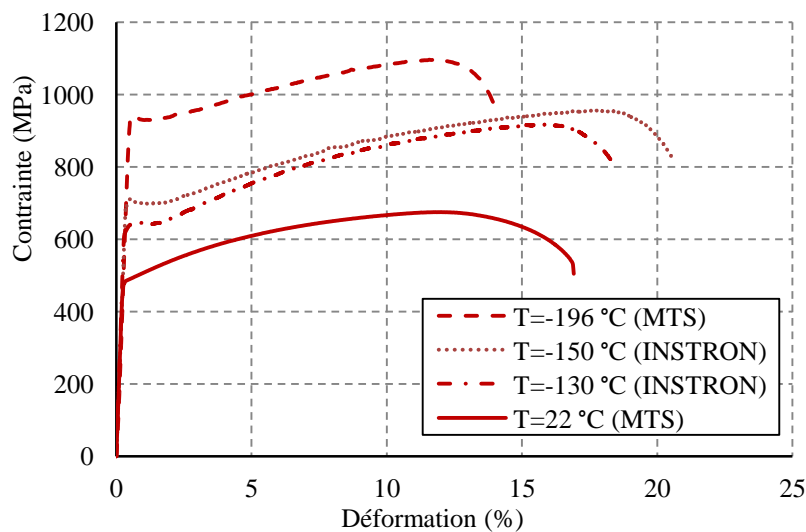


Figure III-6. Courbes rationnelles contrainte-déformation obtenues à différentes températures
- acier 16MND5

Comme le montre la figure III-7, ces valeurs de R_e et R_m sont en accord avec les caractéristiques mécaniques de l'acier de cuve que l'on peut trouver dans la littérature :

Renevey [(Renevey, 1998)], Tanguy [(Tanguy, 2001)], Pesci [(Pesci, 2004)], Sekfali [(Sekfali, 2004)], Mathieu [(Mathieu, 2006)] et Libert [(Libert, 2007)].

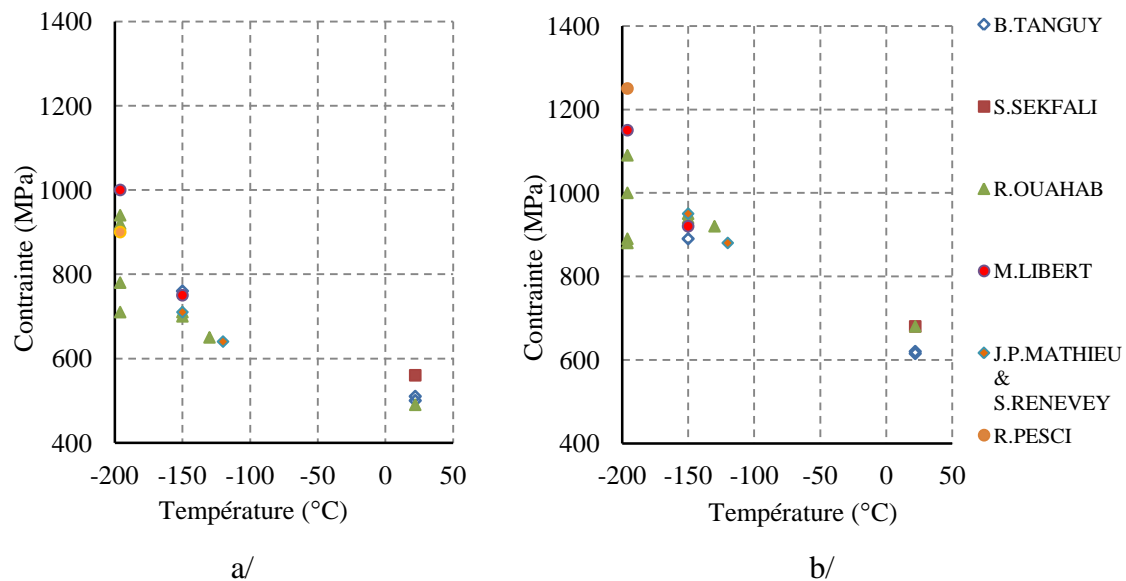


Figure III-7. Comparaison des caractéristiques mécaniques de l'acier 16MND5 obtenues à 22 °C, -130 °C, -150 °C et -196 °C - a/ Limite élastique R_e - b/ Résistance mécanique R_m

Cette campagne d'essais a non seulement confirmé la répétabilité des résultats énoncés dans les différents travaux dédiés à l'acier de cuve pour des températures comprises entre -150 °C et 22 °C, mais a aussi souligné la dispersion des résultats pour les essais réalisés à -196 °C. Cette dispersion peut être liée au mode de refroidissement. En effet, l'azote liquide a tendance à s'évaporer très vite à température ambiante. Il faut donc bien vérifier l'immersion de l'intégralité du montage (mors de serrage + éprouvette) dans l'azote et maintenir le bain jusqu'à ce que le liquide se stabilise. Cela montre ainsi que la température est homogène dans tout le montage et nécessite un apport continu d'azote liquide pendant les essais. La dispersion peut aussi être liée aux instabilités induites par les mécanismes de clivage et les hétérogénéités présentes dans l'acier de cuve comme évoqué par Hausild [(Hausild, 2002)] et Libert [(Libert, 2007)] dans leurs travaux.

Les faciès de rupture obtenus aux différentes températures ont été observés en utilisant un MEB : ils sont présentés à la figure III-8.

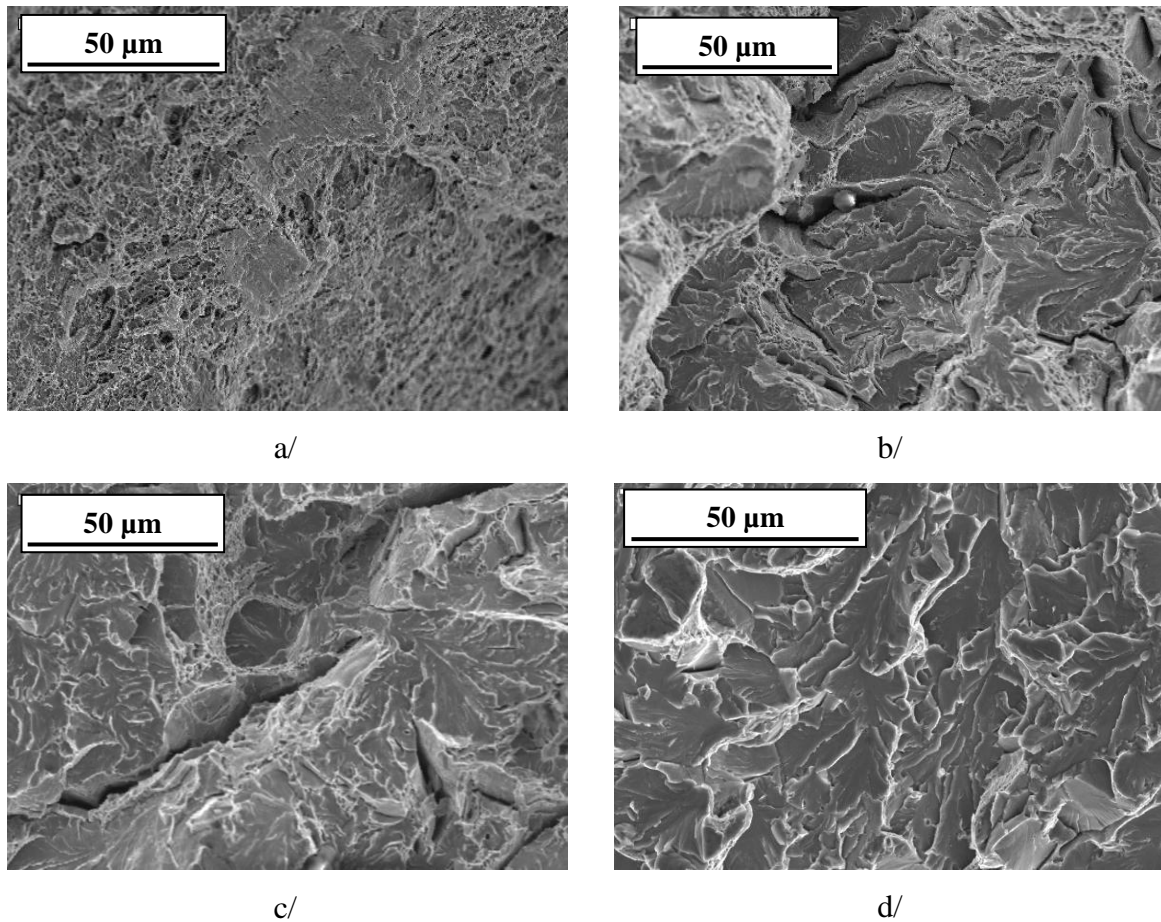


Figure III-8. Faciès de rupture obtenus, suite aux essais de traction quasi-statique, à différentes températures - acier 16MND5 -

a/ T=22 °C - b/ T=-130 °C - c/ T=-150 °C - d/ T=-196 °C

A température ambiante (figure III-8-a), on observe de nombreuses cupules sur le faciès : la rupture est ductile à 100 %. Après déformation, à -130 °C et -150 °C (figure III-8-b et figure III-8-c, respectivement), bien que des zones de rupture ductile soient encore visibles, le principal mode de rupture mis en jeu semble bien être le clivage. A -196 °C, le faciès ne présente que des zones de rupture fragile par clivage (figure III-8-d). Les résultats de l'étude fractographique réalisée sont conformes à ceux présentés par Pesci [(Pesci, 2004)] et Libert [(Libert, 2007)] : dans l'acier de cuve, la rupture n'est purement fragile qu'à -196 °C.

b) Essais de traction dynamique

Les courbes enregistrées lors des essais de traction dynamique présentent de fortes oscillations caractéristiques de ce type de chargement : les hautes vitesses de sollicitation entraînent une instabilité liée à l'augmentation des vibrations dans le montage expérimental. Ces vibrations finissent par introduire une onde de choc qui se déplace le long du montage et se transmet à l'éprouvette. L'acquisition précise des caractéristiques mécaniques est ainsi rendue difficile. Par conséquent, les courbes ne seront pas exposées et seuls les modes de rupture obtenus avec ce type de chargement seront discutés. Il est toutefois à noter que les niveaux de contrainte atteints avec ce mode de sollicitation sont plus élevés que ceux obtenus en traction quasi-statique : à température ambiante, la limite élastique est de 580 MPa et la résistance mécanique est de 760 MPa. A -196 °C, R_e atteint un pic à 1200 MPa qui engendre la rupture instantanée de l'échantillon.

L'examen fractographique montre que l'augmentation de la vitesse de chargement de $3,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (essais de traction quasi-statique) à 25 s^{-1} (essais de traction dynamique) n'influence pas le mode de rupture de l'acier 16MND5. A température ambiante, les faciès obtenus présentent également de nombreuses cupules caractéristiques de la déchirure ductile. A -196 °C, la rupture est purement fragile.

III.2.2 Comportement macroscopique de l'acier 2C40

a) Essais de traction quasi-statique

Comme pour l'acier 16MND5, des essais de traction quasi-statique ont été réalisés sur l'acier 2C40, mais uniquement aux deux températures extrêmes. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont présentées dans la figure III-9.

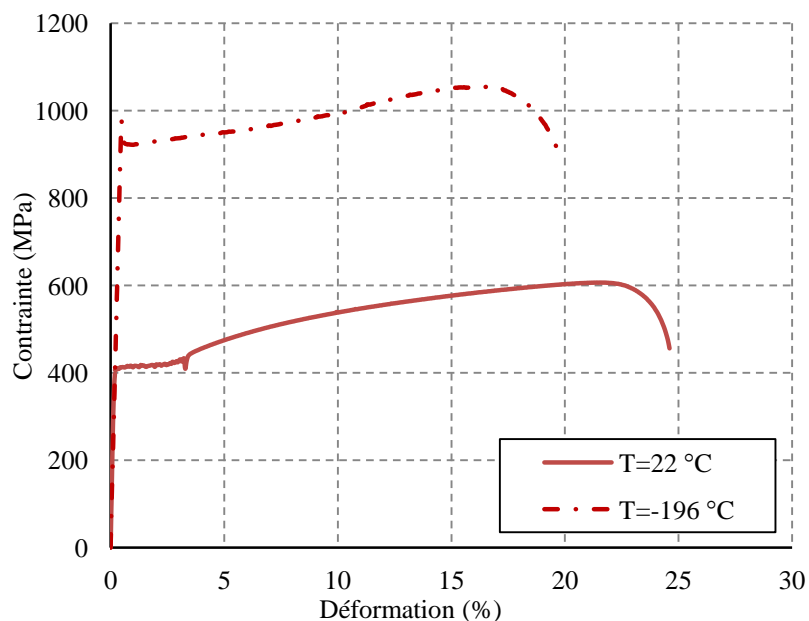


Figure III-9. Courbes contrainte-déformation à T=22 °C et T=-196 °C - acier 2C40

	<u>Acier 16MND5</u>		<u>Acier 2C40</u>	
	R_e (MPa)	R_m (MPa)	R_e (MPa)	R_m (MPa)
<u>T=22 °C</u>	480	670	420	600
<u>T=-130 °C</u>	620	920	**	**
<u>T=-150 °C</u>	700	950	**	**
<u>T=-196 °C</u>	920	1090	920	1050

Tableau III-3 Comparaison des limites élastiques et des résistances mécaniques des aciers étudiés à différentes températures

A température ambiante, bien que l'acier 2C40 contienne 3 fois plus de cémentite, il présente des caractéristiques mécaniques (R_e et R_m) plus faibles que celles de l'acier de cuve (tableau III-3). A basse température, leurs caractéristiques (R_e et R_m) se rejoignent.

Cette tendance peut être expliquée en partie (à 22 °C) par l'influence de la taille des carbures dans la réponse macroscopique du matériau : la limite élastique des aciers faiblement alliés est inversement proportionnelle à l'augmentation de la taille des carbures [(Norris(1), 1996), (Norris(2), 1996)]. Les auteurs ont étudié des échantillons d'acier 2.25Cr1Mo utilisé pour certaines cuves de réacteur REP : les échantillons sont traités thermiquement de manière

à obtenir des tailles de carbure différentes qui varient entre 0,5 et 1 μm d'un échantillon à un autre. A travers des essais de traction, les auteurs concluent qu'une taille de carbure importante a tendance à baisser les caractéristiques critiques de l'acier.

Les faciès de rupture de l'acier 2C40 obtenus aux deux températures extrêmes ($T=22\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $T=-196\text{ }^{\circ}\text{C}$) sont présentés sur la figure III-10 :

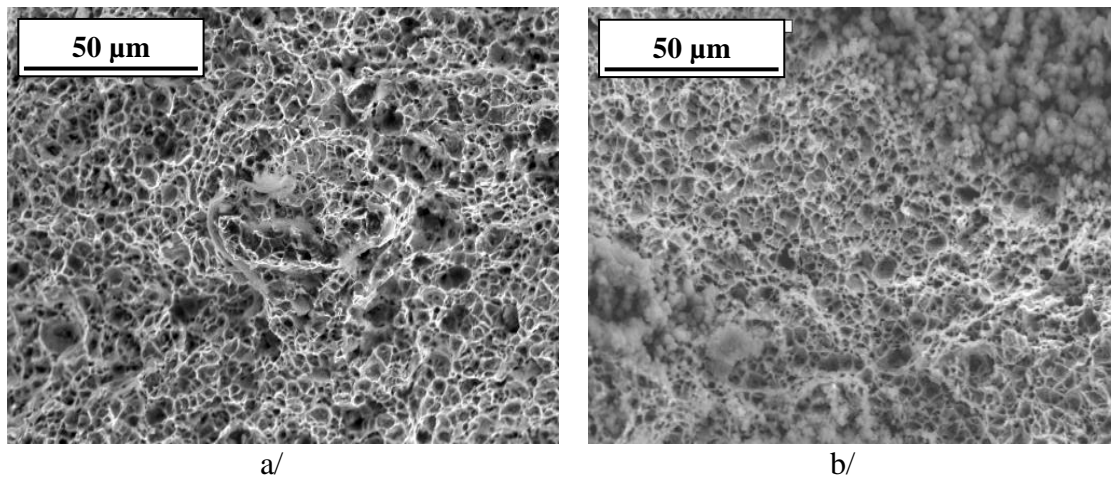


Figure III-10. Faciès de rupture de l'acier 2C40 obtenus lors d'essais de traction quasi-statiques - a/ $T=22\text{ }^{\circ}\text{C}$ - b/ $T=-196\text{ }^{\circ}\text{C}$

Les observations fractographiques montrent de nombreuses cupules et cavités, mais aucune trace de rupture fragile. Le mode de rupture de l'acier 2C40 est par conséquent toujours ductile, même dans un bain d'azote liquide ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$). Ce comportement peut s'expliquer par le fait que la contrainte critique susceptible de provoquer le clivage dans l'acier 2C40 est supérieure à la limite élastique ainsi qu'à la résistance mécanique atteintes pendant l'essai effectué à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (920 MPa et 1050 MPa respectivement). Nous n'avons cependant pas estimé la contrainte critique de clivage relative à chaque acier pour confirmer cette explication. Toutefois, pour un acier proche de l'acier de cuve (acier 18MND5), traité thermiquement de manière à obtenir deux microstructures, l'une martensitique et l'autre bainitique, Echeverria et al. [(Echeverria, 1999)] ont montré expérimentalement que la contrainte critique de clivage relative à une microstructure martensitique est deux fois plus importante que celle estimée pour une microstructure bainitique. Ils mettent ainsi en évidence le rôle de la microstructure dans le déclenchement des mécanismes de clivage. Dans notre cas, les deux aciers présentent une microstructure bainitique, avec toutefois des morphologies

différentes. L'acier 16MND5 présente des amas/cluster de carbures et un comportement fragile à basse température (-196 °C) alors que l'acier 2C40 contient des carbures isolés.

b) Essais de traction dynamique

Afin de favoriser une rupture fragile dans l'acier 2C40, nous avons augmenté la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ de manière à atteindre des valeurs de contrainte critiques pouvant provoquer du clivage. Une campagne d'essais de traction dynamique (25 s^{-1}) a ainsi été réalisée à -196 °C. La limite élastique atteinte dans ce cas est de 1100 MPa et la rupture de l'échantillon survient instantanément après ce pic de contrainte. Toutefois, l'examen fractographique (figure III-11) a montré que le mode de rupture reste le déchirement ductile (présence de cupules et de lignes de glissement).

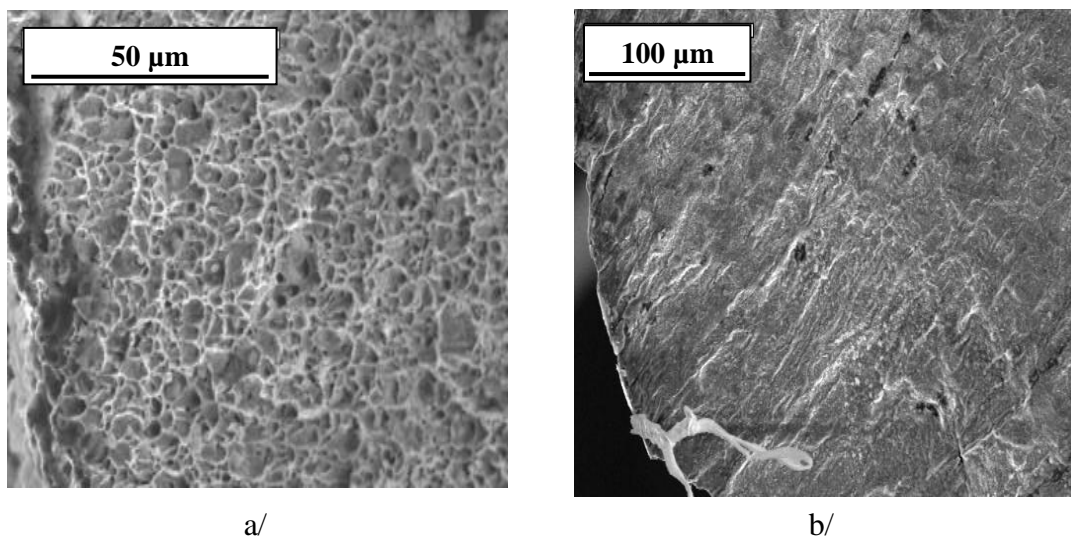


Figure III-11. Ductilité da l'acier 2C40 à -196 °C -

a/ Faciès de rupture - b/ Surface de l'échantillon au voisinage de la rupture

La campagne d'essais a montré ainsi qu'il n'est pas possible de provoquer du clivage dans l'acier 2C40 avec des essais de traction (tableau III-4). Il faudrait peut-être tester d'autres conditions plus sévères en termes de basse température et de vitesse de sollicitation ou bien changer le mode de chargement.

$\dot{\epsilon}$	$T=22\text{ }^{\circ}\text{C}$		$T=-196\text{ }^{\circ}\text{C}$	
	$3,5.10^{-4}\text{ s}^{-1}$	25 s^{-1}	$3,5.10^{-4}\text{ s}^{-1}$	25 s^{-1}
<u>Acier 16MND5</u>	ductile	ductile	fragile	fragile
<u>Acier 2C40</u>	ductile	ductile	ductile	ductile

Tableau III-4. Récapitulatif des modes de ruptures observés dans les aciers de l'étude

A $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, les essais de traction effectués sur les deux aciers bainitiques soulignent des différences dans le mode de rupture ; les caractéristiques mécaniques (R_e et R_m) de chacun sous différentes conditions de sollicitations thermomécaniques sont aussi mises en évidence. Ces tendances peuvent être liées au comportement intrinsèque des deux phases présentes dans ces aciers (déformations et contraintes), ainsi qu'à la fraction volumique, la taille et la répartition des carbures relatives à chaque acier. Une étude par phase a donc été menée lors d'essais de traction in situ à différentes températures, afin de mieux comprendre l'influence de chaque phase. Nous commencerons dans un premier temps par étudier la phase ferritique par diffraction des rayons X de laboratoire en mettant en évidence son influence sur le comportement global des deux aciers bainitiques. Les contraintes dans la cémentite seront ensuite estimées en utilisant la loi des mélanges.

III.3. Distribution des contraintes par phase

Dans la présente étude, la diffraction des rayons X est combinée à des essais de traction in situ permettant d'analyser directement l'évolution de la contrainte dans la phase ferritique au cours du chargement. Les conditions de réalisation des essais ont été détaillées dans le chapitre II. Rappelons aussi que cette technique a déjà été utilisée par Pesci [(Pesci, 2004)] et Mathieu [(Mathieu, 2006)] dans leurs travaux de thèse.

III.3.1 Contrainte dans la ferrite de l'acier 16MND5

Les résultats de l'analyse de contrainte in situ obtenus sur l'acier 16MND5 à température ambiante sont présentés dans la figure III-12. La courbe montre l'évolution de la contrainte

interne dans la phase ferritique (points isolés) pendant le chargement macroscopique (pointillés) ; l'incertitude de mesure est de l'ordre de ± 20 MPa.

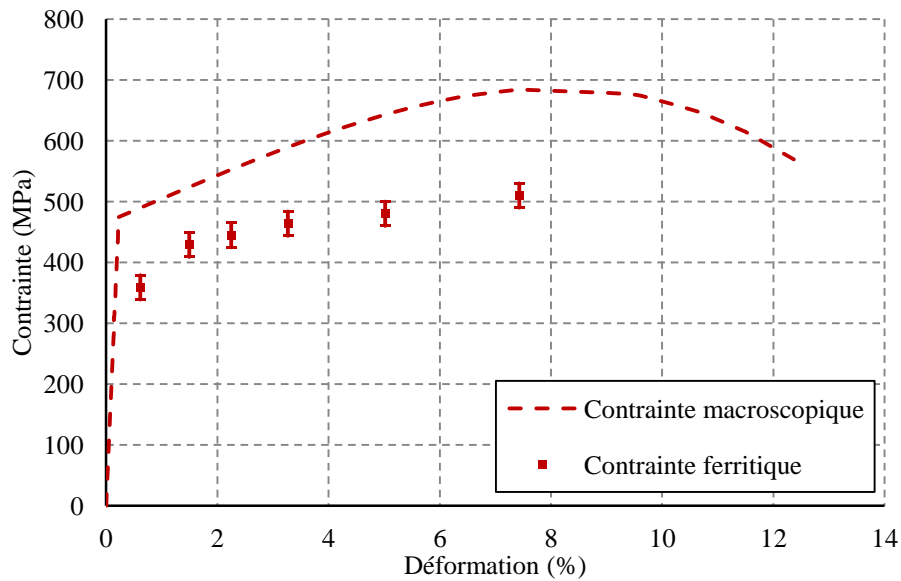
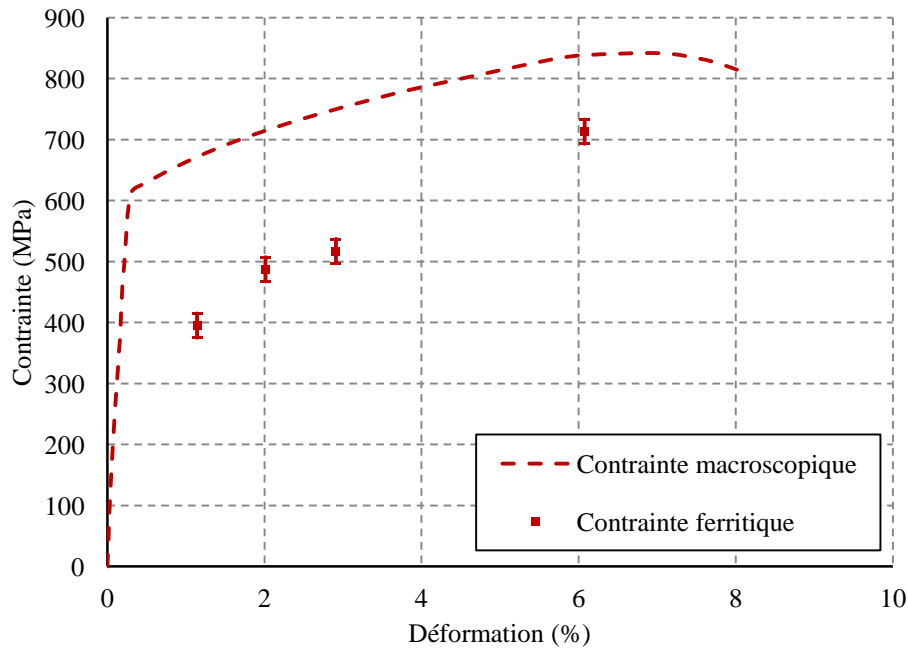


Figure III-12. Evolution des contraintes macroscopique et ferritique à $T=22$ °C - acier 16MND5

A température ambiante, la limite d'élasticité de l'acier 16MND5 est de l'ordre de 480 MPa et sa résistance mécanique est de 680 MPa. On observe que l'état de contrainte dans la ferrite est en-dessous de la contrainte bainitique. L'écart de contrainte entre les deux augmente légèrement avec la déformation plastique : il est en moyenne de 130 MPa et d'environ 170 MPa à la charge maximale.

La courbe contrainte-déformation obtenue à -150 °C est présentée dans la figure III-13, avec la même incertitude de mesure. A cette température, on note que la limite d'élasticité macroscopique est d'environ 620 MPa et la résistance mécanique est de 840 MPa. Ces valeurs sont légèrement plus faibles que celles obtenues lors des essais effectués sur des machines de plus forte capacité (paragraphe §.III.2. : $R_e=700$ MPa et $R_m=950$ MPa).



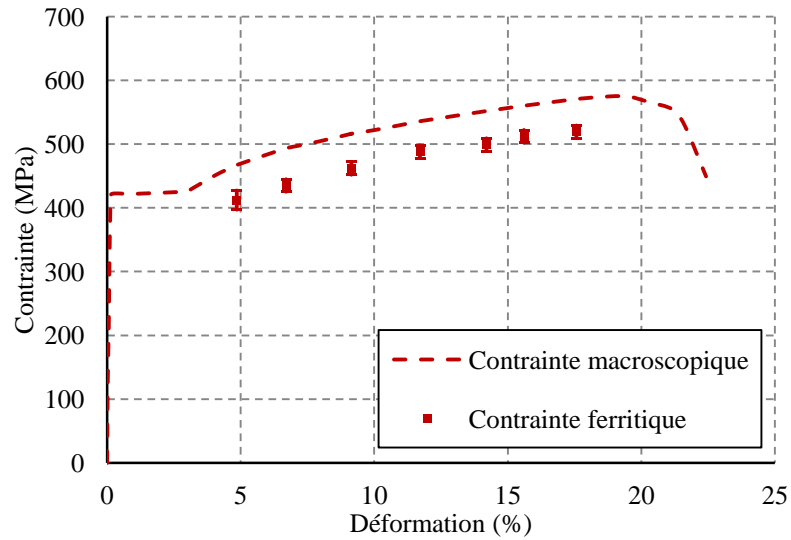
III-13. Evolution des contraintes macroscopiques et ferritiques à $T=-150\text{ °C}$ - acier 16MND5

Ces différences dans les niveaux de contraintes atteints peuvent s'expliquer par les différents modes de refroidissement utilisés, refroidissement par contact pour les essais in situ et refroidissement par brouillard d'azote pour les essais statiques. Cela introduit une variation dans la température et par conséquent influence les contraintes atteintes lors des essais de traction.

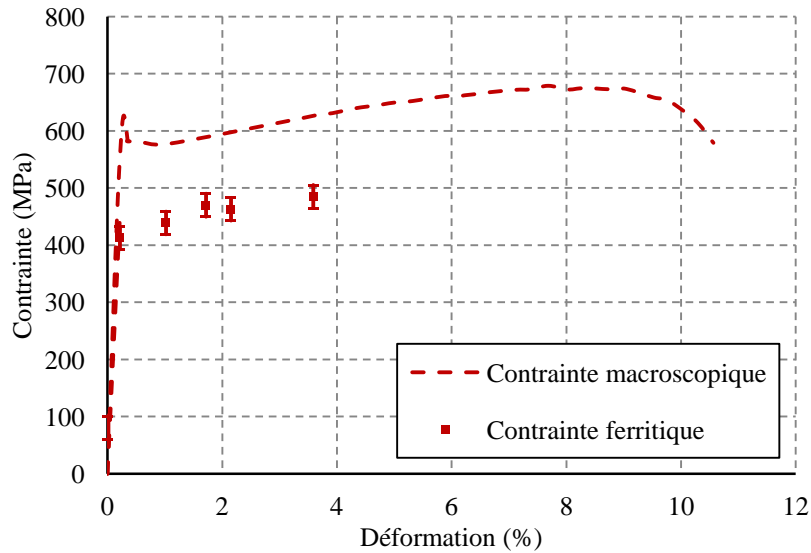
Si on compare les contraintes bainitiques et ferritiques, l'écart obtenu est plus grand qu'à température ambiante : il atteint en moyenne 210 MPa alors qu'il est de 130 MPa à 22 °C. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Mathieu [(Mathieu, 2006)]. Toutefois, l'écart ne semble pas augmenter avec l'augmentation de la déformation appliquée comme c'est le cas à température ambiante. Il est de l'ordre de 150 MPa à charge maximale.

III.3.2 Contrainte dans la ferrite de l'acier 2C40

Comme pour l'acier de cuve, des essais de traction in situ combinés à la DRX ont été réalisés sur l'acier 2C40. Les figures III-14-a et III-14-b montrent les résultats obtenus à 22 °C et -150 °C. Les points isolés correspondent aux mesures effectuées dans la ferrite alors que la courbe tracée en ligne discontinue représente la contrainte bainitique (macroscopique).



a/



b/

Figure III-14. Evolution des contraintes macroscopique et ferritique dans l'acier 2C40 -
a/ T=22 °C - b/ T=-150 °C

A température ambiante, la limite élastique de l'acier 2C40 est de 420 MPa et sa résistance mécanique est de 580 MPa ; ces valeurs restent en accord avec les résultats de la campagne expérimentale présentées au paragraphe §.III.2.2. L'écart ferrite-bainite atteint une valeur moyenne de 60 MPa, soit un écart inférieur à l'écart moyen obtenu pour l'acier 16MND5 à même température. Les valeurs de R_e et R_m obtenues à -150 °C sont données dans le tableau III-5. L'écart ferrite-bainite augmente toujours, comme c'est le cas pour l'acier 16MND5 : la valeur moyenne relevée est de 120 MPa. On trouve également dans le tableau III-5 une synthèse comparative des caractéristiques mécaniques des deux aciers.

	<u>Acier 16MND5 (MPa)</u>			<u>Acier 2C40 (MPa)</u>		
	R_e	R_m	Ecart ferrite-bainite	R_e	R_m	Ecart ferrite-bainite
<u>T=22 °C</u>	480	700	130	420	600	60
<u>T=-150 °C</u>	620	840	210	620	680	120

Tableau III-5. Comparaison des valeurs R_e , R_m et l'écart moyen ferrite-bainite obtenues pour les deux aciers de l'étude - essais de traction in situ à T=22 °C et T=-150 °C

La contrainte dans la cémentite a été estimée indirectement à partir des contraintes macroscopiques et ferritiques à l'aide d'une loi des mélanges.

III.3.3 Contrainte dans la cémentite (approche indirecte)

L'application de la loi des mélanges est présentée le chapitre I. Nous l'avons utilisée pour déterminer l'évolution de la contrainte dans la cémentite pour chaque acier. Les fractions volumiques de cémentite prises en compte dans nos calculs sont respectivement de 2,1 % et 5,7 %, pour l'acier 16MND5 et l'acier 2C40 avec une incertitude de 0,2 %. Les valeurs obtenues sur l'acier 16MND5 à température ambiante sont tracées sur la figure III-15 et présentées dans le tableau III-6. Les résultats de la répartition des contraintes obtenus à -150 °C y sont aussi présentés. L'incertitude de mesure est de l'ordre de ± 930 MPa pour la cémentite.

Du fait de l'approche utilisée, les contraintes déterminées pour la cémentite sont supérieures à celles déterminées pour la ferrite et la bainite.

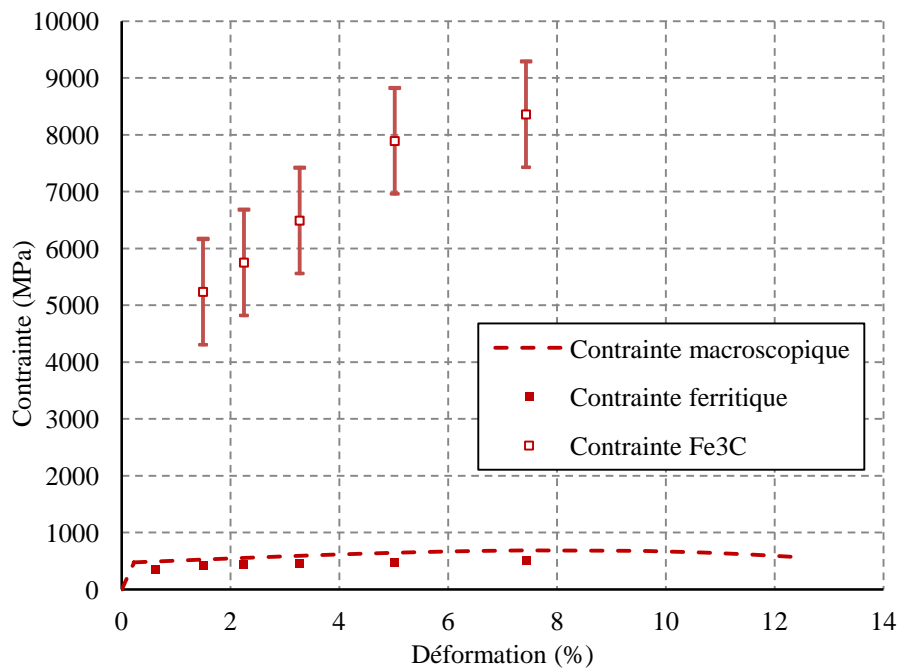


Figure III-15. Distribution des contraintes par phase à T=22 °C - acier 16MND5

Théoriquement, la courbe contrainte-déformation qui décrit le comportement purement élastique de la cémentite est linéaire [(François, 1992)]. En pratique, la linéarité de la courbe est rendue évidente seulement si elle est tracée en fonction des paramètres relatifs à cette phase. Dans nos travaux les courbes sont tracées en fonction de la déformation moyenne qui prend en compte la déformation de la ferrite et celle de la cémentite. Cela explique la non linéarité des courbes relatives à la cémentite.

T=22 °C				T=-150 °C			
ε %	σ_{bainite}	σ_{ferrite}	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$	ε %	σ_{bainite}	σ_{ferrite}	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$
~1,5	530	430	5200	~1,2	670	400	13260
~2,3	560	445	5920	~2,0	715	490	11200
~3,3	590	465	6420	~3,0	750	520	11480
~5,0	635	480	7860	~6,1	840	715	6670
~7,4	675	510	8370	**	**	**	**

Tableau III-6. Répartition des contraintes par phase - acier 16MND5

Le tableau III-7 présente la répartition des contraintes par phase obtenue dans l'acier 2C40 à température ambiante et à -150 °C. L'incertitude est de l'ordre de ± 340 MPa pour la cémentite.

<u>T=22 °C</u>				<u>T=-150 °C</u>			
ε %	σ_{bainite}	σ_{ferrite}	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$	ε %	σ_{bainite}	σ_{ferrite}	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$
~4,9	470	410	1460	~1,0	580	440	2900
~6,7	500	435	1575	~1,7	590	450	2910
~9,2	520	460	1510	~2,2	600	465	2840
~17,6	570	520	1400	~3,6	630	485	3030

III-7. Répartition des contraintes par phase - acier 2C40

Ces résultats mettent en évidence une très forte hétérogénéité de contrainte entre la ferrite et la cémentite. Pour l'acier 16MND5 à température ambiante, la contrainte dans la cémentite augmente avec la déformation appliquée : elle dépasse 8000 MPa. La contrainte dans la cémentite augmente lorsque la température diminue (-150 °C) : les contraintes peuvent dépasser 11000 MPa. Mais, ces valeurs ne sont qu'une estimation obtenue à partir de la loi des mélanges. Cette dernière est très sensible à la fraction volumique de la cémentite : une incertitude de $\pm 0,2$ % induit jusqu'à ± 1000 MPa d'écart sur les valeurs calculées (cas de l'acier 16MND5).

Les valeurs obtenues pour la cémentite avec cette approche indirecte sont supérieures à celles données dans les travaux de modélisation effectués par Mathieu [(Mathieu, 2006)] : à -150 °C, la contrainte dans la cémentite atteint une valeur maximale de l'ordre de 5000 MPa pour une fraction volumique de 2 %. Pesci et al. [(Pesci, 2010)] annoncent une contrainte maximale dans la cémentite de l'ordre de 2200 MPa pour une fraction volumique de 5 % et une température de -60 °C.

Pour l'acier 2C40, les valeurs de contrainte dans la cémentite sont moins importantes que celles obtenues dans la cémentite de l'acier 16MND5 : elles sont de l'ordre de 1400 MPa à température ambiante et atteignent 3000 MPa à basse température.

III.3.4 Discussion

a) Comportement macroscopique

Pour les aciers faiblement alliés, la limite élastique et la résistance mécanique augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique de la cémentite. Zhao et al. [(Zhao, 2006)] ont étudié des échantillons d'acier faiblement alliés contenant des tailles de grains et de carbures relativement comparables mais des fractions volumiques de cémentite différentes qui varient entre 0,25 % à 8 %. Ils confirment ainsi la proportionnalité des caractéristiques R_e et R_m à la quantité de cémentite présente dans l'acier. Cet effet n'est pas observé dans nos résultats. L'acier 16MND5 contient 2,1 % de cémentite et présente des propriétés mécaniques (R_e et R_m) plus élevées que celles observées dans l'acier 2C40 (5,7 % de cémentite). Cette remarque reste valable aux différentes températures quoiqu'elle soit plus marquée à température ambiante. Les deux aciers présentent des différences microstructurales. La morphologie de la matrice ferritique, la taille et la répartition des précipités de cémentite ont sûrement tenu un rôle important dans la réponse macroscopique de chaque acier : plus la seconde phase est fine, plus les contraintes dans l'acier sont élevées. La diminution/réduction de l'espacement moyen entre les carbures avoisinants engendre le même effet [(Clavel, 1982), (Orowan, 1970)]. Ces paramètres caractérisent l'acier 16MND5 et peuvent expliquer, en termes de R_e et R_m , son comportement par rapport à l'acier 2C40.

b) Absence de clivage dans l'acier 2C40

Lee et al. [(Lee, 2002)] et plus récemment Tanguy et al. [(Tanguy, 2003)] commentent les conséquences de la taille des carbures et leur répartition sur la probabilité de rupture dans l'acier de cuve : ils confirment ainsi leur importance au niveau de la rupture de type clivage. Libert [(Libert, 2007)] a étudié la relation entre l'amorçage de la rupture par clivage et la distribution des tailles de carbure dans un acier faiblement allié. Il confirme ainsi qu'à basse température (-196 °C), une taille de carbure comprise entre 0,1 et 0,2 μm augmente la probabilité d'amorçage du clivage. Sachant que ce domaine inclue la taille des carbures prédominants dans l'acier 16MND5 et écarte celles des carbures présents dans l'acier 2C40, cette hypothèse peut expliquer l'absence de clivage au niveau de l'étude fractographique effectuée sur les faciès obtenus à -196 °C pour l'acier 2C40.

c) Hétérogénéités des contraintes

Le comportement macroscopique (bainitique) des deux aciers étudiés résulte de la combinaison du comportement des deux phases ferrite et cémentite, d'où l'écart observé entre les contraintes bainitiques et celles de la ferrite lors des essais de traction in situ. Toutefois, le comportement global de ces aciers reste principalement décrit par le comportement de la ferrite, car elle représente la phase prépondérante : 97,9 % pour l'acier de cuve et 94,3 % pour l'acier 2C40.

Les résultats de DRX mettent en évidence une forte hétérogénéité de contrainte par phase pour les deux aciers et à toutes les températures testées (22 °C, -150 °C). Elle est toutefois plus marquée pour l'acier de cuve. L'écart de contrainte entre la ferrite et la bainite y est plus grand que dans l'acier 2C40. La distribution des contraintes par phase montre aussi que la cémentite est beaucoup plus chargée que la ferrite et la bainite.

d) Influence de la morphologie de la cémentite

Les valeurs de contrainte dans la cémentite estimées pour l'acier 2C40 sont plus faibles que celles observées dans l'acier 16MND5. Ce résultat est lié à la morphologie de la cémentite contenue dans les aciers de l'étude (tableau III-8)

Carbures	Acier 16MND5	Acier 2C40	Conséquences/Effets
Fraction volumique	2,1 %	5,7 %	R_e (acier 16MND5) > R_e (acier 2C40) R_m (acier 16MND5) > R_m (acier 2C40)
Taille moyenne	0,14 μm	0,73 μm	
Carbures intergranulaires	7 %	41 %	$\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$ (acier 16MND5) >> $\sigma_{\text{Fe}_3\text{C}}$ (acier 2C40)
Carbures intragranulaires	93 % (cluster)	59 % (isolés)	Absence de clivage dans l'acier 2C40

Tableau III-8. Principales différences observées dans les aciers de l'étude

L'acier 16MND5 contient des carbures de taille réduite ($D_{\text{moy}}=0,14 \mu\text{m}$), beaucoup plus petits que ceux présents dans l'acier 2C40 ($D_{\text{moy}}=0,75 \mu\text{m}$). Cela peut expliquer les niveaux

de contrainte plus élevés déterminées pour la cémentite de l'acier 16MND5. C'est ainsi que Pluvinage et al. [(Pluvinage, 1999)] expliquent la différence de comportement entre deux aciers bainitiques contenant la même fraction volumique de cémentite et présentant des tailles de carbure différentes.

La présence d'amas/cluster dans l'acier 16MND5 peut augmenter la difficulté de mobilité des dislocations lors de la déformation plastique [(Bacon, 2004)]. De plus, il est observé que les inclusions intergranulaires (cas de 40 % des inclusions de l'acier 2C40) ont tendance à diminuer les propriétés R_e et R_m des aciers biphasés [(Chen, 1986), (Chen, 1990)]. En effet, si on trouve des carbures intergranulaires dans les deux aciers étudiés, 93 % des inclusions présentes dans l'acier 16MND5 sont intragranulaires et sont principalement groupés en amas/clusters dans les paquets bainitiques. Au contraire, pour l'acier 2C40, les carbures intergranulaires représentent 40 % des carbures et se présentent généralement sous forme d'inclusions isolées.

e) Tendance de nos résultats

Finalement, dans la compétition des phénomènes « morphologie de la matrice ferritique », « fraction volumique de la cémentite », « taille et répartition des carbures », nos résultats semblent montrer que ces deux derniers sont prépondérants, d'où les caractéristiques R_e et R_m plus élevées dans l'acier 16MND5 et les fortes contraintes dans la cémentite qu'il contient.

L'hypothèse que les carbures de l'acier 2C40 ont pu subir un endommagement a aussi été posée dans le but d'expliquer les valeurs de contrainte plus faibles dans la cémentite de cet acier. Toutefois les observations post-mortem effectuées en surface des échantillons rompus ont écarté cette dernière : aucun carbure endommagé ou décollé n'a pu être observé.

Afin de valider les niveaux de contrainte obtenus dans la cémentite avec la loi des mélanges et définir au mieux leur impact sur le comportement global des deux aciers étudiés, il est nécessaire à ce stade de réaliser des mesures directes dans cette phase. Cette démarche donnera des informations essentielles sur la répartition du chargement entre la phase molle (ferrite) et la phase dure (cémentite).

Le chapitre suivant a pour objectif la détermination directe des déformations et des contraintes dans la cémentite lors d'essais de traction réalisés à température ambiante et à -150 °C. Nous avons pour cela utilisé un outil adapté à la faible fraction volumique de cémentite présente dans les aciers étudiés : la diffraction des rayons X de haute énergie (rayonnement synchrotron). Grâce à un flux de rayonnement plus important que celui offert par la DRX de laboratoire, les pics de diffraction obtenus pour la cémentite sont alors exploitables et permettent une analyse de contrainte fiable [(Daymond, 2002)].

