



HAL
open science

Caractérisation de la température de transition et de la ténacité sur prélèvements quasi non destructifs

Yazid Madi, Chiraz Belhadj, Adrien van Gorp, Laure Dodelin, Magali Polo, Raphaël Goti, Clément Soret, Jacques Besson, François Dupouiron

► To cite this version:

Yazid Madi, Chiraz Belhadj, Adrien van Gorp, Laure Dodelin, Magali Polo, et al.. Caractérisation de la température de transition et de la ténacité sur prélèvements quasi non destructifs. Symposium scientifique et technique Esope, FCTM-ESOPÉ, Oct 2021, Paris, France. hal-03691096

HAL Id: hal-03691096

<https://hal.science/hal-03691096v1>

Submitted on 8 Jun 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

TITRE : **Caractérisation de la température de transition et de la ténacité sur prélèvements quasi non destructifs**

Auteur.e.s : Y. Madi⁴ ; C.Belhadj^{2,4}; A.VanGorp³; L.Dodelin¹; M.Polo²; R.Goti¹; C.Soret²; J. Besson⁴; F.Dupoiron²

¹ TotalEnergies ; ² RICE GRT Gaz ; ³ Arts et Métiers Lille ; ⁴ Mines Paris PSL University Centre des Matériaux CNRS UMR 7633

Résumé

Les propriétés de ténacité des matériaux métalliques sont souvent nécessaires pour toutes les analyses d'aptitude au service.

La détermination de ces caractéristiques peut se faire soit par l'utilisation de données de la littérature, de corrélations établies à partir d'autres caractéristiques mécaniques mesurables de manière non destructive ou par mesure des caractéristiques réelles des matériaux. La dernière méthode permet à la fois de prendre en compte des mécanismes de vieillissement/fragilisation, mais aussi d'éviter de trop grands conservatismes pouvant amener à des coupes (arrêt d'exploitation) ou réparations non nécessaires, entraînant des coûts élevés et des contraintes opérationnelles non négligeables. Jusqu'ici la plupart des méthodes de détermination de la ténacité sont destructives et reposent sur la réalisation d'essais de résilience ou mieux CTOD sur éprouvettes standardisées. Ces éprouvettes utilisées pour ces types d'essais doivent répondre à des critères dimensionnels très précis et nécessitent des prélèvements de matière d'épaisseurs conséquentes de par leur géométrie standard. De ce fait les opérations de prélèvement génèrent un arrêt des opérations (coupe d'un échantillon de matière de l'équipement) ou dans le meilleur des cas une réparation de l'équipement lorsque cela est possible, ce qui n'est pas toujours le cas notamment si la réparation nécessite un traitement thermique après soudage. Ces opérations induisent dans les deux cas des conséquences techniquement et économiquement importantes en termes d'immobilisation et de perte d'exploitation.

Confronté à plusieurs de ces situations, un travail de recherche et développement a été conduit pour développer des méthodes d'évaluation de la température de transition et de la ténacité à partir de prélèvements de dimensions suffisamment limitées pour s'affranchir de réparation. Dans la plupart des cas cela conduit à pouvoir tester des prélèvements d'épaisseur maximale de 3 mm - correspondant généralement aux sur-épaisseurs de corrosion prévues lors de la conception - jusqu'à moins d'un mm d'épaisseur pour des cas très spécifiques. Ce papier présente différentes méthodes de prélèvements testées et évaluées en termes d'affectation du prélèvement et de l'équipement, ainsi que la mise au point de méthodologies spécifiques permettant une caractérisation des propriétés de mécanique de la rupture des prélèvements. Des exemples de comparaison de caractérisations « classiques » et sur petits prélèvements sont présentés, et les perspectives d'évolutions méthodologiques et normatives sont développées.

1- Introduction : Les problématiques industrielles liées à la caractérisation de la ténacité.

La ténacité, en tant que caractérisation mécanique, est souvent nécessaire pour évaluer l'aptitude au service d'équipements déjà construits ou de structures en exploitation, qui peuvent :

- Ne pas avoir été caractérisées en ténacité à l'origine ;
- Présenter, suite à des événements mécaniques ou corrosion ou depuis l'origine des défauts, des singularités géométriques conduisant à un accroissement local des coefficients d'intensité de contraintes ;
- Nécessiter des modifications de conditions de fonctionnement avec des paramètres (température, pression) qui n'avaient pas été envisagées à l'origine de la conception ;
- Présenter une réduction de la ténacité suite à des phénomènes métallurgiques (fragilisation à l'ambiante ou à haute température, présence de phases intermétalliques).

La réalité industrielle est souvent une combinaison de ces différents cas. Face à ce type d'interrogations, la pratique actuelle consiste :

- Soit à utiliser les valeurs minimales recommandées par différents codes ou les valeurs minimales spécifiées à la fabrication ou des corrélations établies à partir d'autres caractéristiques mécaniques mesurables de manière non destructive, ce qui conduit à une analyse souvent très conservatrice et donc pénalisante.
- Soit à prélever de la matière et réaliser des essais pour obtenir une caractérisation précise. Ce dernier cas induit des opérations très onéreuses et des contraintes opérationnelles non négligeables, puisqu'il faut arrêter l'exploitation/l'installation, prélever de la matière en épaisseur suffisante pour réaliser des essais normés, et remettre en état la zone prélevée. Dans certains cas (les matériaux faiblement alliés en particulier), les opérations de réparation par soudage peuvent être même très complexes voire non réalisables du fait de l'impossibilité d'effectuer les traitements thermiques après soudage nécessaires.

Fréquemment confrontés à ces problématiques, des études ont été lancées en vue de définir des conditions de prélèvement et d'essais permettant :

- De réaliser une caractérisation de la ténacité et de détermination de la température de transition ductile/fragile avec une précision suffisante pour être utilisée dans les calculs d'aptitude au service ;
- De réaliser des prélèvements suffisamment limités en dimensions « quasi non-destructifs » pour ne pas avoir à réparer, et sans avoir d'incidence sur l'intégrité des structures testées. Ces prélèvements doivent être compatibles avec :
 - o Les méthodes de caractérisation proposées ;
 - o La faisabilité avec les méthodes existantes ;
 - o L'absence d'affectation de la matière par la méthode de prélèvement.

Plusieurs voies déjà décrites dans la littérature ont été investiguées tant en ce qui concerne les méthodes de prélèvement, qu'en ce qui concerne les méthodes de caractérisation. Dans tous les cas, et conformément à la théorie, le déclenchement du phénomène de rupture par clivage sur des éprouvettes d'épaisseur plus faible que le standard nécessite un abaissement conséquent de la température. D'un

point de vue opérationnel, il a été convenu dans un premier temps de rechercher principalement la température de transition ductile /fragile issue de ruptures par clivage notamment sur des métallurgies anciennes qui constituent le plus souvent les principaux « candidats » de nos industries.

2- Méthodes de prélèvement quasi non destructives.

Afin d'être les moins destructives possible, les méthodes de prélèvement doivent permettre de réaliser des échantillons de petites tailles. Pour cela, deux méthodes d'échantillonnage ont été testées :

- Une première méthode par électro-érosion (EDSE : Electrical Discharge Sampling Equipment, (ETD))
- Une seconde méthode selon une découpe à l'emporte-pièce-souvent appelée « scoop sampling », (Rolls-royce).

La première technique consiste en un enlèvement de matière généré par une décharge électrique entre la pièce (qui doit donc être conductrice) et l'électrode outil. L'électrode sous tension et la pièce de métal à travailler sont en contact via un arrosage de liquide diélectrique, de l'eau déminéralisée par exemple. Le liquide permet d'éliminer les débris issus de la découpe et assure le refroidissement de la pièce. Le courant envoyé forme un arc électrique qui engendre une dégradation très localisée de la zone à découper. Le dispositif global de prélèvement est constitué d'une machine-outil supportant l'électrode, d'un circuit d'eau et d'un tableau de commande. L'électrode est un consommable. Elle doit permettre un bon débit de matière sur la pièce et un faible enlèvement de matière sur l'électrode (faible usure). Plusieurs électrodes sont parfois nécessaires au cours d'un échantillonnage, en raison de l'usure ou d'un éventuel bris d'électrode. Plusieurs dimensions d'électrodes sont disponibles afin de pouvoir découper des échantillons de tailles différentes. Ainsi, l'épaisseur du prélèvement peut varier entre 1 et 20 mm, la largeur entre 20 et 40 mm et la longueur entre 25 et 100 mm, (ETD).

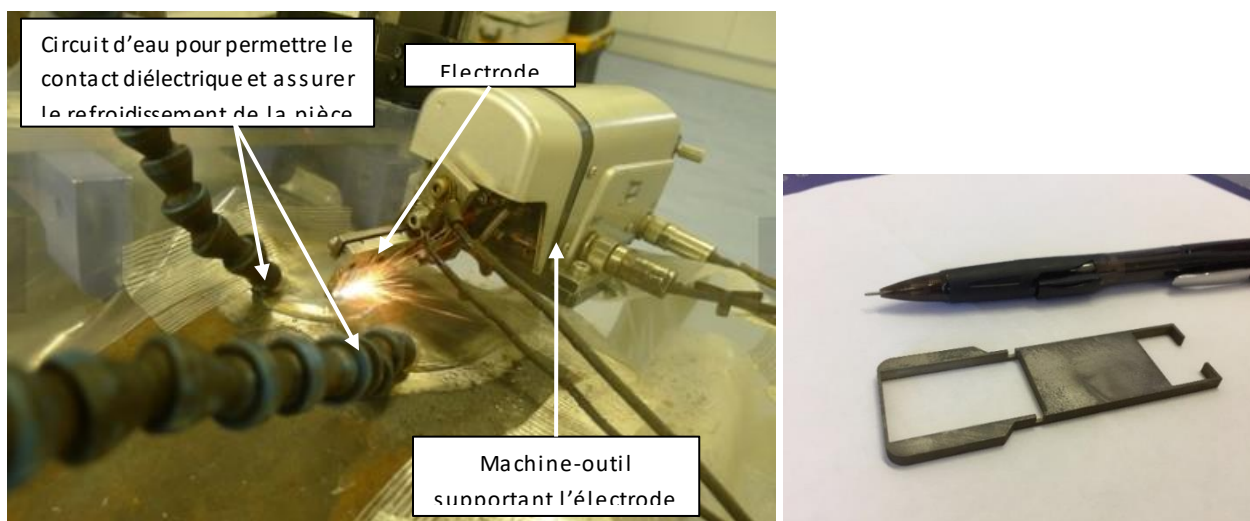


Figure 1 : Dispositif de prélèvement EDSE (ETD) et type d'électrode utilisée.

La vitesse de découpe dépend du matériau à découper, de l'épaisseur de la pièce, du diamètre et de la nature de l'électrode, du liquide diélectrique et de la machine. Plusieurs heures peuvent parfois être nécessaires. Cette technique de prélèvement permet d'obtenir des échantillons de type « boat sample » ou barquette.



Figure 2 : Échantillon de type « boat sample » prélevé avec technique EDSE

La méthode de découpe à l'emporte-pièce ou « scoop sampling » utilise un dispositif constitué d'un bol semi-sphérique dont les bords sont traités au nitrure de bore, entraîné par un moteur et dont la rotation permet un enlèvement de matière maîtrisé et à priori sans affectation mécanique ou thermique, dont l'épaisseur peut varier de 1 à 4,5 mm. La taille du dispositif donne la possibilité de faire un prélèvement dans un tube de diamètre interne supérieur à 3'' ainsi que sur des surfaces planes ou quelconques.



Figure 3 : Dispositif de prélèvement à l'emporte-pièce – Scoop sampling.

La phase de préparation consiste à installer le dispositif d'échantillonnage et dure environ une heure. Le prélèvement de matière est réalisé en trente minutes environ. Il permet d'obtenir des échantillons de type « scoop samples ».

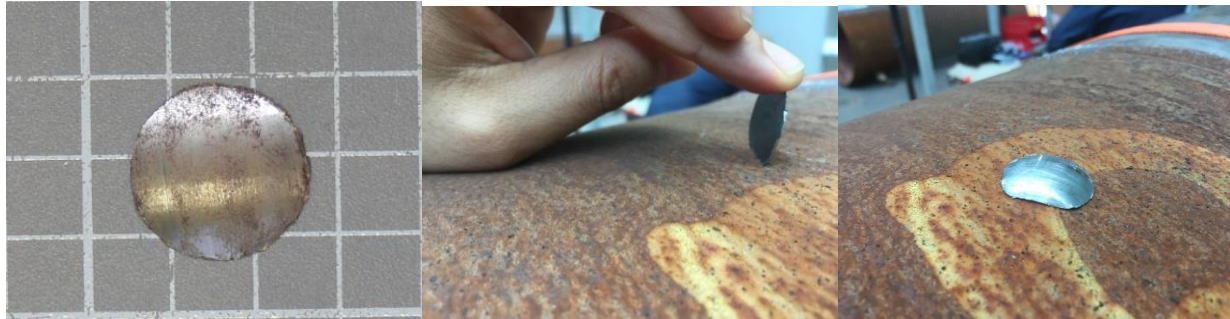


Figure 4 : Échantillon de type « scoop sample » prélevé avec technique de découpe à l'emporte-pièce.

Afin de s'assurer qu'il n'y avait pas d'impact majeur des techniques de prélèvement sur les échantillons, des observations microstructurales et des mesures de dureté ont été réalisées.

Pour les deux échantillons prélevés, issus de deux pièces et matériaux différents, les observations ont mis en évidence une taille de grain homogène sur l'ensemble de chaque prélèvement. Aucune marque d'érouissage ou de surchauffe n'a été décelée sur la partie interne des échantillons. La seule différence entre les échantillons réside dans la légère dégradation de surface observée avec le prélèvement par EDSE, sur une épaisseur d'une dizaine de microns. Pour les deux techniques d'échantillonnage, les mesures de dureté réalisées n'ont pas montré de différence entre le centre des prélèvements et les bords.

Au final les techniques de prélèvement semblent n'avoir aucun impact sur la microstructure, et un très faible impact sur les surfaces de coupes, (Rolls-royce).

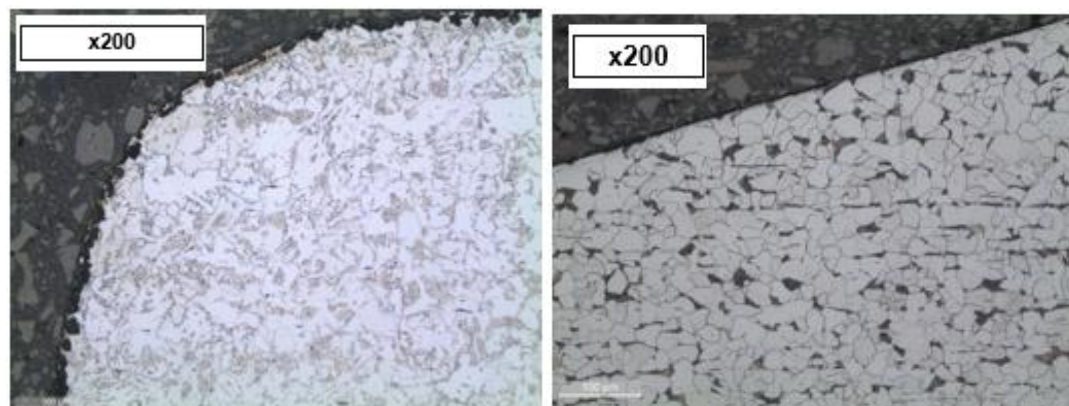


Figure 5 : Microstructures d'échantillons prélevés par EDSE (à gauche) et emporte-pièce (à droite)

Le prélèvement doit néanmoins être adapté au type de produit investigué. Il faut notamment aller assez profond pour s'affranchir des phénomènes de surface issus de la fabrication, notamment érouissage superficiel et décarburation. En général la profondeur « représentative » commencera autour de 500 μm (Vander Voort, 2015), (ASTM-E1077, 2005).

3- Méthodes de caractérisation

Les essais décrits dans cette partie ont été conduits sur un acier de gazoduc de nuance A42. Sa limite d'élasticité vaut $\sigma_{0.2} = 277$ MPa ; sa contrainte ultime vaut $R_m = 419$ MPa. On définit la contrainte moyenne comme $\sigma_Y = \frac{1}{2} (\sigma_{0.2} + R_m) = 348$ MPa. Les éprouvettes testées sont schématisées sur la figure 6-a. Elles comprennent des éprouvettes de résilience de type Charpy (KCV et mini-KCV au §3.1) et des éprouvettes de la mécanique de la rupture (CT et mini-DCT au §3.2). Ces éprouvettes sont extraites d'un segment de tube dont les dimensions sont indiquées sur la figure 6-b. La direction L correspond à la longueur du pipe, S à son épaisseur et T à la direction orthoradiale. Les éprouvettes pourront être testées dans la configuration L—T (chargement selon L et propagation selon T) ou T—L. Des essais Small Punch Test ont également été menés pour l'identification de la transition fragile-ductile sur des échantillons, sous forme de pastilles d'épaisseur 500 μ m, prélevés dans le plan L-T à différents niveaux dans l'épaisseur (cf. Figure 6-c) et §3.3).

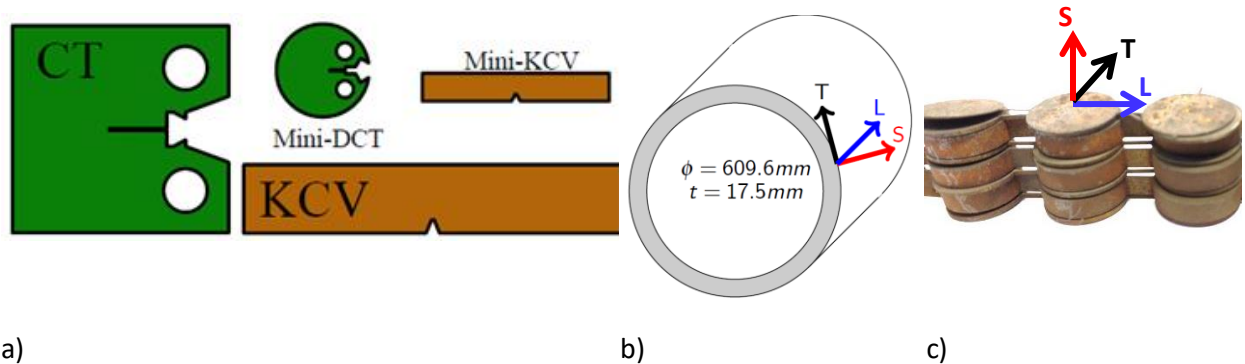


Figure 6 : a) Géométrie des éprouvettes de résilience et de ténacité (mini et standard). À l'échelle.

b) Dimensions et directions du tube.

c) Prélèvement d'échantillons SPT.

3.1. Méthodes de caractérisation des éprouvettes de résilience

Les éprouvettes Charpy sont employées pour mesurer l'énergie de rupture d'un barreau entaillé soumis à l'impact d'un marteau. Les éprouvettes usuelles ont une longueur de 55mm, une section de 10×10 mm². L'entaille fait 2mm de profondeur avec un rayon de 0.25mm. Ces éprouvettes sont en particulier employées dans le programme de surveillance des réacteurs nucléaires. Les éprouvettes dites « mini-Charpy » ($27 \times 4 \times 3$ mm³, entaille de 1mm avec un rayon de 0.1mm) peuvent être extraites des barreaux rompus et testées dans un dispositif spécifique. Ces dispositifs permettent de calculer les déplacements ainsi que les efforts. Des courbes force—déplacement pour des Charpy standard (configuration L—S) sont tracées à la Figure 7-a pour une température de 23°C. Les chutes brutales partielles de la force correspondent à la rupture fragile et sont typiques de la transition ductile—fragile. Les mêmes courbes pour les mini-KCV sont tracées à la Figure 7-b à 23°C. Dans ce cas la rupture est

purement ductile. Il est intéressant de comparer les forces maximales atteintes durant les essais en les normalisant par la section minimale de l'éprouvette. On obtient ainsi :

	F_{max} (N)	Section (mm ²)	F_{max}/S (MPa)
KCV	15000	80	188
Mini-KCV	1000	9	111

Tableau 1: Principales données de synthèses issues des essais de résilience.

Ce simple calcul permet de constater qu'il existe des effets de structure importants puisque les rapports F_{max}/S ne sont pas constants. Le transfert des résultats entre les types d'éprouvettes ne sera donc pas direct.

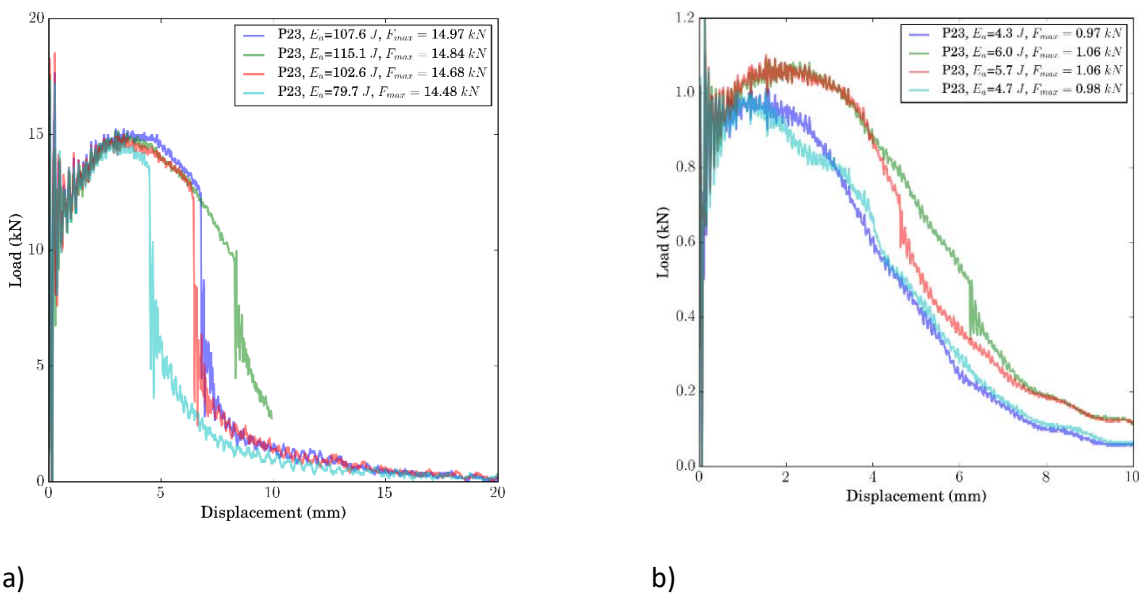


Figure 7 : Essais de résilience instrumentés, courbes Force-déplacement à l'ambiante : a) Éprouvettes standard KCV. b) Éprouvettes mini-KCV.

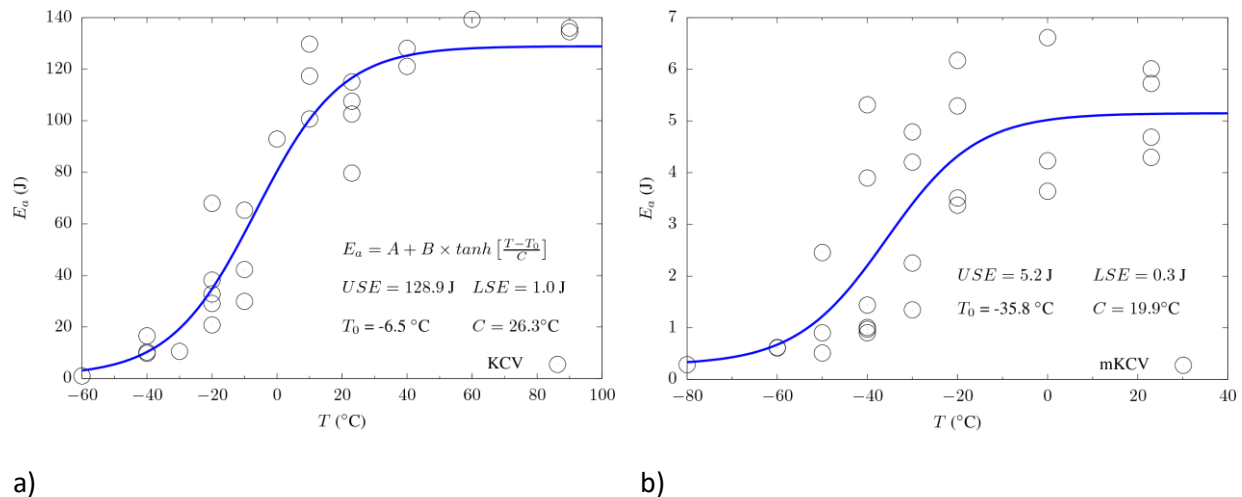


Figure 8 : Courbes de transition ductile-fragile, direction LS : a) Éprouvettes standard KCV. b) Éprouvettes mini-KCV.

Les essais Charpy permettent également de construire les courbes de transition ductile—fragile des aciers. Les résultats obtenus pour les KCV et les mini-KCV sont comparés à la Figure 8. L'énergie totale à rupture est tracée en fonction de la température. Un ajustement en tangente hyperbolique permet d'estimer l'énergie au plateau ductile (USE : Upper Shelf Energy) ainsi que la température de transition T_0 . On constate tout d'abord que les USE ne sont pas proportionnelles à la section des éprouvettes en cohérence avec les résultats obtenus sur les forces maximales. Les températures de transition ne sont pas constantes : -6.5 °C sur les KCV et -35.8 °C pour les mini-KCV, soit un décalage important d'environ 30 °C . On constate une forte dispersion pour les mini-KCV qui s'explique en partie par un gradient de propriétés dans l'épaisseur du tube.

3.2. Méthodes de caractérisation des éprouvettes de mécanique de la rupture

Les méthodes de caractérisation sur éprouvettes de la mécanique de la rupture sont par exemple décrites dans la norme ASTM—1820 (ASTM-1820, 2008). Il s'agit de déterminer les courbes caractérisant la résistance du matériau à la propagation d'une fissure ou courbes $J-\Delta a$. Les éprouvettes sont pré-fissurées en fatigue afin d'introduire un défaut très aigu. Les essais sont conduits en réalisant des décharges—recharges partielles. Celles-ci permettent de mesurer la variation de la souplesse durant l'essai. Cette variation est directement liée à la propagation de la fissure. Il est alors possible de déterminer l'avancée de la fissure Δa . Les essais ont été menés sur des éprouvettes standard de type CT12.5 (12.5 mm d'épaisseur) et sur des mini-éprouvettes de type DCT. Ces dernières ont une épaisseur de 3 mm et ont la forme d'un disque de 13.5 mm de diamètre. Des entailles latérales, représentant au total 20% de l'épaisseur, ont été usinées afin de guider la fissure et de favoriser un état de déformation plane.

Les courbes Force—CMOD (Crack Mouth Opening Displacement) pour les éprouvettes normalisées de type CT12.5 sont tracées à la Figure 9-a pour les configurations L—T et T—L. On constate une moins bonne résistance pour le sens T—L. Cette tendance est couramment observée dans les aciers de tube et est liée au processus de fabrication (laminage des tôles et mise en forme). Les mêmes courbes sont tracées pour les mini-éprouvettes DCT à la Figure 9-b. On observe les mêmes tendances. Les niveaux d'effort sont

divisés par un facteur 10 environ. Dans les deux cas, des zooms sur les courbes Force —CMOD permettent d’apprécier la variation de la souplesse des éprouvettes.

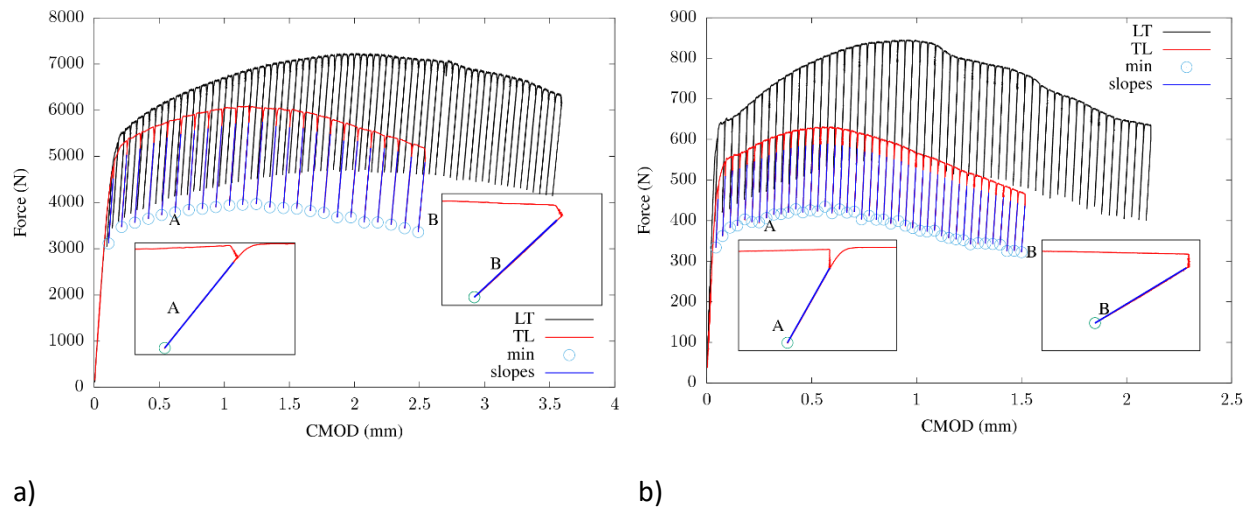


Figure 9 : Courbes Force-CMOD par la méthode de la complaisance : a) Éprouvettes normalisées CT. b) Éprouvettes mini-DCT.

Les courbes Force —CMOD sont ensuite traitées pour obtenir les courbes $J — \Delta a$ qui sont tracées à la Figure 10-a pour les CT12.5 et à la Figure 10-b pour les mini-DCT. Les configurations L—T et T—L sont comparées. Chaque courbe peut être ajustée par une loi puissance de type $J = A\Delta a^n$ selon les recommandations de la norme ASTM—1820. Il est alors possible de déterminer une valeur critique conventionnelle pour J notée J_{IC} et correspondant à une avancée de fissure de 0.2 mm. Elle est obtenue en prenant l’intersection de la courbe $J — \Delta a$ et de la droite de pente $2\sigma_Y$ passant par $\Delta a = 0.2$ mm (dite droite d’émoussement). Pour être valide selon la norme, la valeur de J_{IC} doit être inférieure à $J_{limit} = \frac{\min(W-a_0, B)\sigma_Y}{10}$, où W est la longueur de l’éprouvette et a_0 la longueur initiale de la fissure. $W - a_0$ représente donc la longueur du ligament initial. Cette condition correspond à un niveau de déformation limitée dans l’éprouvette de sorte que l’état de contrainte et la forme de l’éprouvette ne soient pas trop modifiés. Plusieurs remarques peuvent être faites. (i) La configuration L—T est plus résistante à la fissuration que la configuration T—L (ce qui est un résultat classique (Shinohara et al., 2016)). (ii) La valeur de J_{limit} n’est pas dépassée pour les macro-CT pour la détermination de J_{IC} , par contre la condition de validité n’est jamais vérifiée pour les mini-DCT bien que J_{IC} pour la configuration T—L soit très proche de la limite. Un essai sur une DCT de diamètre extérieur 10mm (extractible d’un barreau KCV rompu) et d’une épaisseur plus faible sera donc très loin de la condition de validité. (iii) On constate que des valeurs systématiquement plus faibles de J_{IC} sont obtenues pour les mini-DCT. Comme dans le cas des KCV et mini-KCV, le transfert des données sur mini-DCT vers les éprouvettes CT12.5 n’est donc pas simple. On constate toutefois que le rapport des valeurs de J_{IC} obtenues pour une configuration donnée est constant avec $J_{IC}^{mini-DCT} / J_{IC}^{CT12.5} = 0.65$. Cette valeur étant inférieure à 1, l’utilisation de mini-éprouvettes conduira donc à des valeurs conservatives.

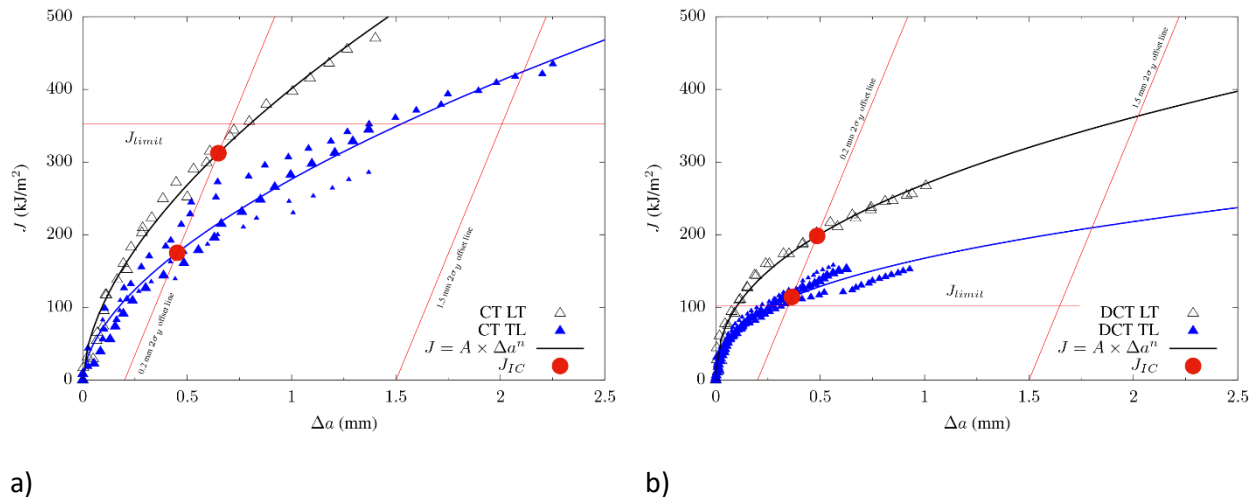


Figure 10 : Courbes $J-\Delta a$: a) Éprouvettes normalisées CT. b) Éprouvettes mini-DCT.

Finalement à partir des valeurs de J_{IC} , il est possible de définir des valeurs de ténacité grâce à la formule d’Irwin

$$K_{JIC} = \sqrt{J_{IC}E/(1 - \nu^2)}$$

Où E est le module d’Young et ν le coefficient de Poisson. L’ensemble des valeurs de J_{IC} et K_{JIC} sont regroupées dans le Tableau 2.

CT	J_{IC} (kJ/m ²)	K_{JIC} (MPa.m ^½)	DCT	J_{IC} (kJ/m ²)	K_{JIC} (MPa.m ^½)
LT	312.2	265.2	LT	198.5	211.4
TL	175.3	198.7	TL	114.5	160.6

Tableau 2: Principales données de synthèse issues des essais de ténacité.

3.3. Méthode de caractérisation par pénétreur sphérique instrumenté –Le small punch test.

Le Small Punch Test (SPT) est un essai de caractérisation de micro-emboutissage sphérique à partir d’un échantillon standard de 9mm de diamètre et d’épaisseur 500µm. Ce dernier est maintenu encastré sur sa périphérie par serrage de 4kN entre un serre flan et une matrice de diamètre, en configuration standard (CWA, 2007), 4mm puis déformé par un indenteur sphérique de diamètre 2.5mm à une vitesse de 0.5mm/min (Figure 11).

L’évolution de l’effort exercé sur l’indenteur est enregistrée en fonction de la profondeur de pénétration.

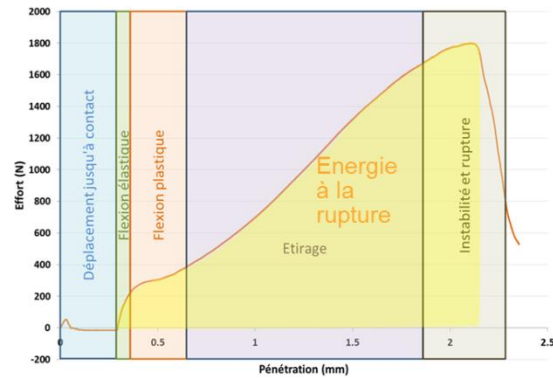
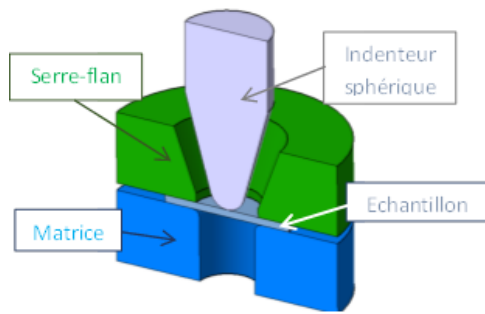


Figure 11 : Description de l'essai SPT et allure de la courbe effort-pénétration obtenue

La courbe obtenue présente 4 stades correspondant à l'évolution géométrique de l'éprouvette et permet la détermination, par intégration, de l'énergie nécessaire à la rupture de l'échantillon. Cet essai a été développé en version cryogénique afin d'analyser l'évolution du comportement des matériaux à basse température jusqu'à -186°C dans cette étude. Le dispositif conçu permet de descendre plus bas (-220°C) avec l'ajout d'un système complémentaire. Les courbes obtenues présentent une allure classique de transition fragile-ductile modélisée par une fonction tanh après avoir normé l'énergie par l'effort à la rupture (Bruchhausen et al., 2017).

Une première problématique a consisté à identifier un critère de détection de cette rupture impactant directement la qualité du résultat. Le critère sélectionné a d'abord été le passage par un maximum local de l'effort observé sur la courbe SPT comme suggéré dans (Bruchhausen et al., 2017). Les résultats ont été confrontés à des observations MEB pour valider le type de rupture en présence et ont montré que la corrélation, bien que majoritairement validée, présentait quelques exceptions réduisant ainsi la pertinence de ce critère de détection de rupture. Un capteur supplémentaire de l'émission acoustique générée lors de la rupture a donc été ajouté sur le banc de caractérisation pour apporter une information complémentaire. L'allure du signal au cours de l'essai SPT est présentée sur la Figure 12.

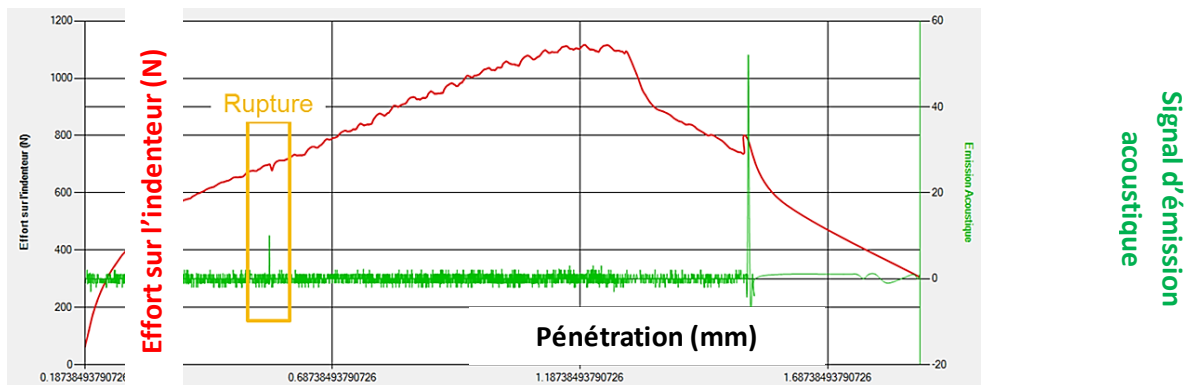


Figure 12 : Courbe SPT obtenue avec le signal d'émission acoustique permettant la détection de la rupture

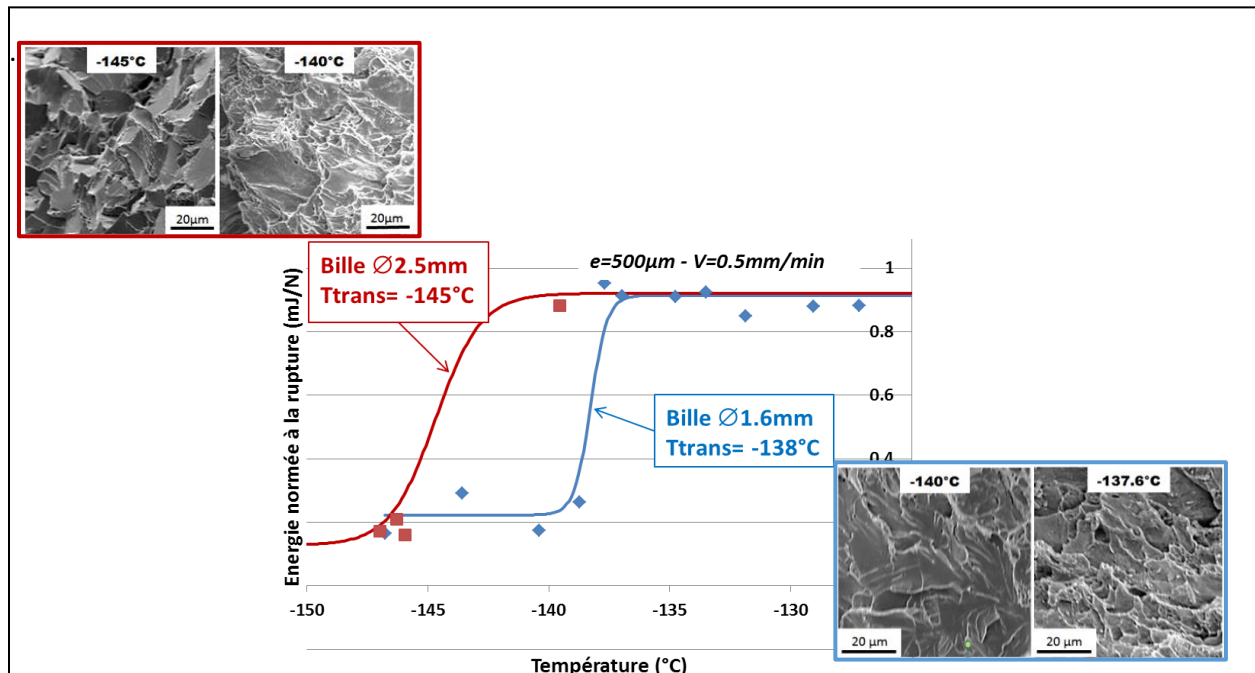


Figure 13 : Évolution de la courbe de transition SPT avec le diamètre de bille

On peut constater sur cette figure une pertinence supplémentaire de l'émission acoustique dont le pic à la première rupture ressort plus nettement par rapport à la chute locale de l'effort. Le critère généralisé sélectionné a donc été la première détection d'un passage par un maximum local ou d'un pic d'émission acoustique. La température de transition, par rapport à l'essai Charpy, se trouve décalée vers les plus basses températures, décalage qui s'explique par la différence de triaxialité (Walters et al., 2017). Afin de tenter de réduire cet offset, imposant une diminution des températures des essais pour un matériau donné, les impacts du diamètre de bille, de l'épaisseur de l'échantillon et de la vitesse d'essai ont été analysés. Les essais ont été menés sur un acier ferritique A42 (prélevé aléatoirement dans l'épaisseur) avec des indenteurs de $\varnothing 1.6\text{mm}$ et $\varnothing 2.5\text{mm}$ pour l'impact du diamètre de bille. On constate (Figure 13) une augmentation de la température de transition avec une petite bille s'expliquant par une concentration de contrainte supérieure et conforme à la bibliographie (Walters et al., 2017). Ce petit diamètre de 1.6mm a donc été sélectionné pour analyser l'effet, respectivement, de l'épaisseur (considérée à $500\mu\text{m}\pm 5\%$ et $580\mu\text{m}\pm 5\%$), et de la vitesse (considérée à 0.5mm/s et 1mm/s) sur la température de transition d'échantillons prélevés, respectivement, à 2mm et 6mm de la surface extérieure du tube d'épaisseur 18mm. Les résultats sont présentés sur la Figure 14.

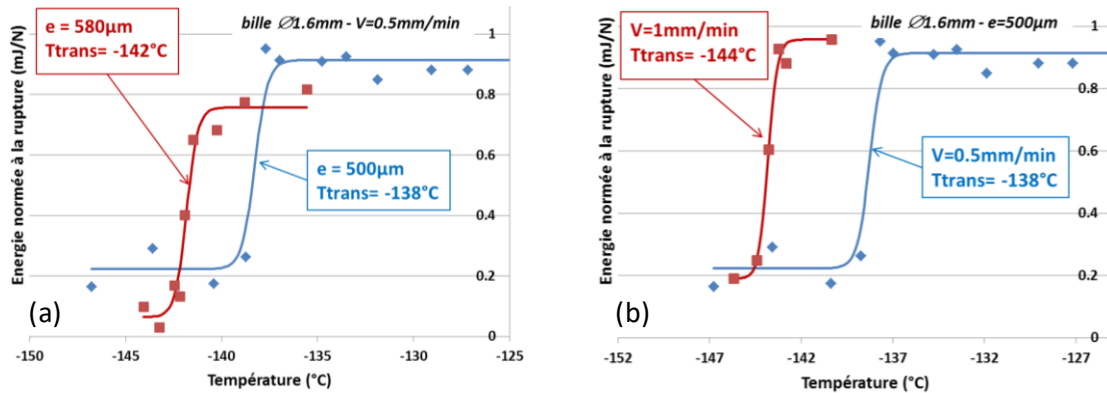


Figure 14 : Évolution de la courbe de transition SPT avec (a) l'épaisseur de l'échantillon et (b) la vitesse d'essai

On observe une légère réduction de la température de transition avec l'augmentation de l'épaisseur qui peut s'expliquer par un accroissement, avec l'épaisseur, de la quantité de déformation plastique pour un déplacement donné de l'indenteur. La déformation plastique étant exothermique, il est nécessaire de descendre la température de l'essai pour contrer l'échauffement et passer en rupture fragile. L'effet de la vitesse trouve également une explication dans cette puissance d'échauffement dû à la déformation. Les résultats indiquent donc une relative bonne pertinence des conditions d'essais normalisées (épaisseur 500µm, vitesse 0.5mm/min) pour limiter l'augmentation de température de l'échantillon au cours de l'essai. Le petit diamètre d'indenteur semble par contre plus favorable pour augmenter la température de transition mais risque cependant d'engendrer plus de dispersions compte tenu du volume plus restreint de matière déformée qui pourrait plus mettre en exergue d'éventuelles hétérogénéités dans le matériau. Une analyse de sensibilité sur la détermination de la température de transition est en cours mais semble indiquer un faible impact dans le cas des aciers ferritiques. La bille de petit diamètre, une vitesse de 0.5mm/min et une épaisseur de 500µm apparaît donc comme la configuration d'essai la plus pertinente. De plus, les écarts n'étant que de quelques degrés, faibles devant les dispersions habituellement rencontrées sur les courbes de transition, la matière apparaît comme relativement uniforme, ce qui indique la relative pertinence d'une caractérisation uniquement à partir d'un prélèvement de surface. Une perspective sera de chercher à utiliser cet essai pour la détermination de la ténacité afin de réduire d'autant plus la quantité de matière prélevée.

3.4. Application des méthodes à un même matériau

Après la mise au point de la méthodologie sur l'acier de nuance A42, les tests ont été aussi réalisés sur trois autres aciers de nuances A37, A42 et X52, issus de prélèvements sur des installations industrielles. Ces matériaux ont été caractérisés dans un premier temps via des essais Charpy normalisés. Ces essais ont permis d'évaluer une température de transition ductile-fragile pour chacun d'eux. Ces trois aciers ont alors fait l'objet d'une caractérisation par la méthode small punch test (SPT), précédemment décrite et qualifiée. On notera que la dimension des disques de test permet de réaliser l'essai à partir d'un

prélèvement sur éprouvette de résilience normalisée après test, ce qui réduit les incertitudes liées aux prélèvements. Cette facilité n'a néanmoins pas été utilisée dans notre cas. Comme le montre les résultats rapportés sur la courbe de la Figure 15, on observe que les températures de transition subissent un décalage quasi uniforme de 130°C entre la caractérisation standard et la caractérisation SPT. La dispersion des résultats de la caractérisation SPT apparaît inférieure ou égale à celle de la caractérisation standard donnant une première validation à cette méthodologie au moins pour les ruptures par clivage sur acier carbone.

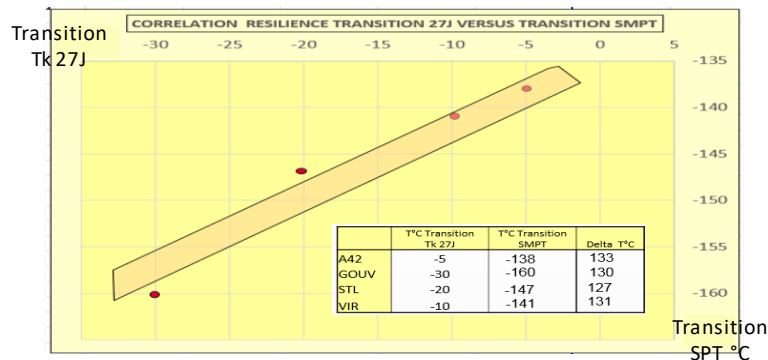


Figure 15: Comparaison des évaluations des températures de transition ductile /fragile de quatre aciers de construction testés en méthode Charpy V et en méthode Small punch test.

4- Discussion

Les résultats dans le domaine ductile indiquent un effet marqué de la taille des éprouvettes. Les énergies Charpy au plateau ductile (USE) par unité de surface ainsi que les valeurs de J_{IC} diminuent avec la taille des éprouvettes. Les fortes épaisseurs contribuent à augmenter le niveau des contraintes à l'intérieur des pièces. Il en résulte une augmentation des efforts et par conséquent des énergies dissipées pour un déplacement donné. Toutefois cette augmentation des contraintes peut conduire à une augmentation des vitesses d'endommagement. Ainsi en suivant le modèle désormais classique de Rice et Tracey (Rice and Tracey, 1969), (Marini et al., 1985), pour la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités, on sait que la vitesse d'endommagement est pilotée par la triaxialité des contraintes, définie comme le rapport $\tau = \sigma_m / \sigma_{eq}$ où σ_m est la contrainte moyenne et σ_{eq} la contrainte de von Mises. La vitesse d'endommagement varie en $\exp(3\tau/2)$. Ce rapport augmente en fonction de l'épaisseur des pièces et est maximum pour un état de déformation plane (qui correspond à une pièce infiniment épaisse). L'augmentation de l'épaisseur a donc deux effets antagonistes : (i) augmentation des efforts conduisant à une augmentation de l'énergie dissipée, (ii) augmentation de la triaxialité des contraintes et des vitesses d'endommagement conduisant à une baisse de cette énergie. Il a été montré par simulation pour une tôle en acier de nuance X70 que le premier effet dominait aux faibles épaisseurs et le second aux fortes épaisseurs (Rivalin et al., 2000). Dans ce cas précis la résistance maximale à la déchirure était obtenue pour une épaisseur d'environ 25mm. Cette valeur n'a bien sûr aucune généralité mais on peut légitimement penser que l'effet décrit plus haut explique les tendances expérimentales observées :

l'épaisseur des éprouvettes testées est suffisamment faible pour que les résultats correspondent au cas (i).

Dans le domaine de la transition, différentes valeurs de la température de transition ductile—fragile T_0 ont été déterminées pour le même matériau en fonction du type d'éprouvette. T_0 varie de -5°C pour les KCV à -145°C pour les SPT. La rupture fragile est essentiellement contrôlée par le niveau des contraintes principales (σ_I), (Ritchie et al., 1973), (Beremin, 1983). Les différences entre les températures de transition peuvent s'expliquer de la manière suivante. Les échantillons SPT développent un état de contraintes biaxial avec une contrainte principale égale à la contrainte d'écoulement et une triaxialité faible égale à $\tau = \frac{2}{3}$. Les contraintes sont plus élevées dans les éprouvettes Charpy du fait de l'entaille. En supposant une contrainte de clivage indépendante de la température et en remarquant que les contraintes d'écoulement augmentent fortement avec la baisse de la température (Tanguy et al., 2002), il faut donc fortement diminuer la température des essais dans les cas où la triaxialité est faible pour atteindre la contrainte de clivage. Ces observations expliquent, au moins de manière qualitative, le classement des températures de transition : $T_{\text{SPT}}^0 \ll T_{\text{mini-KCV}}^0 < T_{\text{KCV}}^0$. Pour que les températures de transition pour les SPT se rapprochent de celles des mini-KCV et KCV, il conviendrait, par exemple, d'employer des échantillons SPT avec une entaille afin d'augmenter de manière significative les contraintes principales (Álvarez et al., 2020).

5- Conclusions et perspectives

Deux dispositifs de prélèvements de matière et différentes méthodologies de caractérisation de la ténacité/résilience ont été investiguées afin de pouvoir remonter aux propriétés mécaniques du matériau constitutif d'un équipement/ouvrage (nécessaire à l'évaluation de son aptitude au service), tout en minimisant les coûts d'exploitation et contraintes opérationnelles associées.

Les premiers prélèvements de matière réalisés de manière quasi non destructive via les deux dispositifs testés (prélèvement par électro-érosion et à l'emporte-pièce) ont permis de mettre en avant un très faible impact des deux techniques sur la microstructure de l'acier en surface. La seule différence entre les échantillons réside dans la légère dégradation de surface observée avec le prélèvement par électro-érosion, sur une épaisseur d'une dizaine de microns.

Les premiers résultats obtenus sur la détermination de la température ductile – fragile via les essais Small Punch Test (SPT) ont permis d'établir une première méthodologie. La dispersion des résultats observée sur les quatre nuances d'acier testées apparaît inférieure ou égale à celle obtenue par caractérisation standard, donnant une première validation à cette méthodologie au moins pour les ruptures par clivage sur acier carbone. Un décalage de la courbe de transition vers les plus basses températures a été observé lors des essais Small Punch Test comparativement aux essais Charpy normalisés. Ce shift (autour de -130°C) également observé dans la littérature s'explique par la différence de triaxialité entre ces deux essais comme discuté au §4. Afin de tenter de réduire cet offset, imposant une diminution des températures des essais pour un matériau donné, les impacts du diamètre de bille, de l'épaisseur de l'échantillon et de

la vitesse d'essai ont été étudiés sur l'acier de nuance A42. Une relative bonne pertinence des conditions d'essais normalisées (épaisseur 500 μ m, vitesse 0.5mm/min) a été observée sur cet acier.

D'un point de vue opérationnel, il est prévu prochainement d'éprouver la méthodologie en faisant une analyse complète, en partant du prélèvement de l'échantillon sur site (via les dispositifs de prélèvement détaillés au §2) jusqu'à la détermination de la température de transition ductile-fragile via la méthodologie mise en place. D'autres nuances d'acier seront également testées afin de s'assurer de la bonne reproductibilité de la méthodologie.

Les premiers résultats obtenus sur la détermination de la résilience via des éprouvettes mini Charpy ont mis en évidence des effets de structures importants par comparaison avec les résultats d'essais obtenus sur éprouvettes normalisées puisque les rapports F_{\max}/S (forces maximales atteintes durant les essais normalisées par la section minimale de l'éprouvette) ne sont pas constants. Le transfert des résultats entre les types d'éprouvettes ne sera donc pas direct.

La méthodologie de détermination de la ténacité sur éprouvettes de mécanique de la rupture reste quant à elle plus complexe de mise en œuvre et nécessite des essais complémentaires pour s'assurer de la transposabilité du comportement mécanique observé sur mini-éprouvettes à celui observé sur macro-éprouvettes ou structure pleine échelle. Comme pour le cas des éprouvettes KCV et mini-KCV, le transfert des données sur mini-DCT vers les éprouvettes CT12.5 n'est en effet pas simple. On constate toutefois que le rapport des valeurs de J_{IC} obtenues pour une configuration donnée est constant avec $J^{\text{mini-DCT}}/J^{\text{CT12.5}} = 0.65$. Cette valeur étant inférieure à 1, l'utilisation de mini-éprouvettes conduira donc à des valeurs conservatives.

Sur le plus long terme, l'intérêt sera de pouvoir s'appuyer sur les résultats de ce type de caractérisation pour pouvoir justifier des positions techniques. Il est donc nécessaire de multiplier et partager ces approches et de participer activement aux activités de normalisation pour les faire progresser.

Plusieurs approches de normalisation sont actuellement menées, principalement au travers, d'une part de la normalisation Européenne animée par l'ECISS (European committee for iron and steel standardization) ECISS/TC101/WG1 qui travaille sur le document CWA (CEN Workshop agreement) 15627 ; et d'autre part de l'ASTM via le sub committee E10.2 qui travaille sur le document ASTM WK61832. Ces deux approches ont été suscitées par les organismes et producteurs d'énergie notamment nucléaire, une collaboration entre les énergéticiens « classiques » et le nucléaire ne pourra être que bénéfique à l'ensemble des parties.

Références bibliographiques :

- Álvarez, G., Rodriguez, C., Belzunce, F.J., Garcia, T.E., 2020. Use of notched small punch test specimens for the determination of fracture properties in structural steels. *Theor. Appl. Fract. Mech.* 106.
- ASTM-1820, 2008. Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness.
- ASTM-E1077, 2005. "Standard Test Methods for Estimating the Depth of Decarburization of Steel Specimens" ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E1077-01R05>
- Beremin, F.M., 1983. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. *Met. Trans.* 14A, 2277–2287.
- Bruchhausen, M., Holmström, S., Lapetite, J.-M., Ripplinger, S., 2017. On the determination of the ductile to brittle transition temperature from small punch tests on Grade 91 ferritic-martensitic steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 155, 27–34. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2017.06.008>
- CWA, C., 2007. 15627 Workshop Agreement: Small punch test method for metallic materials. European Committee for Standardization, Brussels.
- ETD, n.d. Electrical Discharge Sampling Equipment [WWW Document]. ETD Consulting. URL <http://www.etd-consulting.com/edse> (accessed 6.18.20).
- Marini, B., Mudry, F., Pineau, A., 1985. Experimental study of cavity growth in ductile rupture. *Eng. Fract. Mech.* 22, 989–996.
- Rice, J.R., Tracey, D.M., 1969. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *J. Mech. Phys. Solids* 17, 201–217.
- Ritchie, R.O., Knott, J.F., Rice, J.R., 1973. On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel. *J. Mech. Phys. Solids* 21, 395–410.
- Rivalin, F., Besson, J., Pineau, A., Di Fant, M., 2000. Ductile tearing of pipeline-steel wide plates — II.: Modeling of in-plane crack propagation. *Eng. Fract. Mech.* 68, 347–364.
- Rolls-royce, n.d. Scoop Sampling: Extraction of material samples for examination and analysis.
- Shinohara, Y., Madi, Y., Besson, J., 2016. Anisotropic ductile failure of a high-strength line pipe steel. *Int. J. Frac.* 197, 127–145.
- Tanguy, B., Besson, J., Piques, R., Pineau, A., 2002. Numerical modelling of Charpy V-notch tests, in: François, D., Pineau, A. (Eds.), *From Charpy to Present Impact Testing*.ESIS Publication 30, pp. 461–468.
- Vander Voort, G.F., 2015. Understanding and measuring decarburization. ASM INT SUBSCRIPTIONS SPECIALIST CUSTOMER SERVICE, MATERIALS PARK, OH 44073
- Walters, C.L., Bruchhausen, M., Lapetite, J.-M., Duvalois, W., 2017. Fracture Testing of Existing Structures Without the Need for Repairs. Presented at the ASME 2017 36th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering, American Society of Mechanical Engineers Digital Collection. <https://doi.org/10.1115/OMAE2017-61420>