



Relations entre microstructure, microtexture de transformations de phases et propriétés mécaniques d'alliages métalliques

Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon

► To cite this version:

Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon. Relations entre microstructure, microtexture de transformations de phases et propriétés mécaniques d'alliages métalliques. Matériaux. Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 2007. tel-03661990

HAL Id: tel-03661990

<https://hal.science/tel-03661990>

Submitted on 8 May 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.

Copyright



ED n° 409 : Energie, Mécanique, Matériaux

MEMOIRE

pour obtenir

l'Habilitation à diriger des recherches

présenté et soutenu publiquement par

Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON

le 3 décembre 2007

**RELATIONS ENTRE MICROSTRUCTURE, MICROTEXTURE DE
TRANSFORMATIONS DE PHASES ET PROPRIETES MECANQUES
D'ALLIAGES METALLIQUES**

Jury

M. Harry BHADOSHIA	Cambridge University (UK)	Rapporteur
M. Alexis DESCHAMPS	ENSEEG / INPG	Rapporteur
M. Claude PRIOUL	Ecole Centrale des Arts et Manufactures	Rapporteur
M. Eric ANDRIEU	ENSIACET	Examineur
M. Yves BIENVENU	Ecole des Mines de Paris	Examineur
M. René BILLARDON	Université Paris VI	Examineur
Mme Elisabeth GAUTIER	Ecole des Mines de Nancy	Examineur
M. Michel HUMBERT	Université P. Verlaine, Metz	Examineur
M. André PINEAU	Ecole des Mines de Paris	Examineur

Relations entre microstructure, microtexture de transformations de phases et propriétés mécaniques d'alliages métalliques

Ce mémoire d'habilitation à diriger des recherches synthétise mes travaux depuis une dizaine d'années dans le domaine de la métallurgie mécanique, plus précisément sur les relations entre microstructure et propriétés d'emploi d'alliages métalliques pour pièces de structure.

Le premier chapitre est consacré à la caractérisation des microstructures en tant qu'elles sont héritées de l'histoire antérieure (élaboration, mise en forme, traitements thermiques...) du matériau, et en particulier de transformations de phase. Je me suis pour cela fortement appuyée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés pour explorer la relation entre orientation et répartition spatiale des entités cristallines, ce que l'on appelle la « microtexture ». Celle-ci nous renseigne sur les mécanismes de formation de ces produits de transformation. Focalisés initialement sur la bainite d'aciers à bas carbone, mes travaux se sont élargis à d'autres transformations de phase dans les aciers et les alliages de titane.

Le deuxième chapitre aborde le lien étroit entre microstructure (et là encore, souvent, microtexture) et comportement mécanique (plasticité et viscoplasticité) d'alliages métalliques, principalement d'aciers et d'alliages de zirconium. La microstructure, à travers la stabilité thermodynamique, la taille, la morphologie, la répartition spatiale et l'orientation cristalline des phases conditionne en effet la (visco)plasticité cristalline au travers, par exemple, des incompatibilités locales de déformation entre cristaux, du glissement aux interfaces ou encore de transformations de phase sous sollicitation mécanique.

Le troisième chapitre étend le couplage entre microstructure (toujours en tant que produit de transformations de phase) et propriétés au cas de l'endommagement et de la rupture d'alliages industriels. Nous nous efforçons de faire la part entre l'effet du comportement propre à chaque phase (par exemple, via la modification de la matrice d'un alliage d'aluminium) et l'effet de la microstructure (notamment de la microtexture) sur les propriétés de rupture (ductile, par clivage, intergranulaire, par fatigue...) d'alliages métalliques variés.

Relationships between microstructure, phase transformation microtexture and mechanical properties of metal alloys

This Habilitation dissertation summarises the work I have been carrying out for ten years in the field of mechanical metallurgy, more precisely, about the relationships between microstructure and in-service properties of metal alloys for structural components.

Chapter I focuses on the characterisation of microstructures as inherited from the process history of the material and in particular from phase transformations. I have been making great use of electron backscatter diffraction to investigate the relationship between crystal orientation and spatial distribution of crystal units, which is called "microtexture". Microtexture in turn gives information about the formation mechanisms of product phases. Starting with bainite in low carbon steels, the method was then applied to other phase transformation in steels and titanium alloys.

Chapter II focuses on the link between the microstructure (often microtexture) and the plastic and viscoplastic flow behaviour of metal alloys, mainly, steels and zirconium alloys. Through the thermodynamic stability, size distribution, morphology, spatial and crystal orientation distribution of phases, the microstructure controls the flow behaviour by inducing e.g. local strain incompatibility between crystals, interfacial sliding and mechanically-assisted phase transformations.

Chapter III is devoted to the coupling between the microstructure of phase transformation products and damage and fracture properties of industrial alloys. We attempt to distinguish between the respective contributions of the "intrinsic" behaviour of each phase (e.g. by modifying the matrix of an aluminium alloy) and the effect of microstructure (including microtexture) on fracture properties of a variety of alloys and fracture mechanisms.

Avant-propos

Au terme de ce dernier diplôme universitaire je voudrais remercier Madame Elisabeth Gautier, grâce à laquelle la préparation de cette habilitation a été l'agréable occasion d'échanges fructueux qui, nous l'espérons, verront très prochainement des prolongations scientifiques très concrètes. Un grand merci à l'équipe du LSG2M, en particulier à Mme Denis, Mme Omé ainsi qu'à Paolo et Fabien qui m'ont accordé une formidable hospitalité et pris en main l'organisation logistique de la soutenance.

Je remercie les Professeurs H. Bhadeshia, A. Deschamps et C. Prioul de s'être acquittés avec soin et promptitude de la charge de rapporteurs sur ce travail. En commençant à étudier les transformations de phase par le désormais classique "Bainite in Steels", j'étais loin de penser que dix ans plus tard son illustre auteur me ferait l'honneur et le plaisir de faire partie de ce jury... Merci aussi à C. Prioul d'avoir accepté de nouveau la charge de rapporteur, après s'être penché sur ma thèse de doctorat quelques années auparavant. Merci encore à A. Deschamps dont le mémoire d'HDR m'a largement servi de guide et de modèle.

Je remercie les Professeurs R. Billardon et M. Humbert d'avoir accepté d'examiner mon travail et de s'être penchés avec attention sur ce mémoire.

Un grand merci aux trois membres du jury qui ont guidé mes pas scientifiques au Centre des Matériaux : Y. Bienvenu qui a guidé mes premiers pas expérimentaux d'élève-ingénieur autour des brasures Pb-Sn, E. Andrieu qui m'a donné goût à la recherche créative (et quelque peu impertinente) grâce à nos belles randonnées en Pointe de Fissure, A. Pineau qui m'a formée aux matériaux, puis accueillie dans son équipe et m'a confié, avec bienveillance et attention, l'encadrement de thèses passionnantes et, plus récemment, l'option Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole. Merci de m'avoir fait confiance et de m'avoir appris presque tout ce que je sais dans le domaine des matériaux...

Je remercie J.P. Trottier, et E. Busso de m'avoir accueillie comme doctorante, puis comme enseignant-chercheur au Centre des Matériaux où a été accompli l'ensemble de ce travail.

La plupart des travaux présentés dans ce mémoire ont été accomplis par une magnifique équipe de doctorants que j'ai eu la chance d'encadrer dès mes débuts d'enseignant-chercheur. Je tiens à les remercier pour leur enthousiasme, leur beau travail et les discussions animées que nous avons ensemble. Je remercie également les nombreux partenaires industriels grâce auxquels nous pouvons « faire de la science » sur des problèmes d'ingénieur fortement ancrés sur des enjeux scientifiques et techniques concrets.

Un grand merci à mes trois collègues numériciens J. Besson, S. Forest et G. Cailletaud, sur qui s'est appuyé l'essentiel de la modélisation présentée dans ce mémoire et qui savent développer le modèle « au juste niveau de complexité », à l'écoute des phénomènes physiques, des faits expérimentaux et des besoins de leurs utilisateurs.

Je remercie également les techniciens sans qui aucune expérience ne serait possible : René, Gérard, Michel, Anne, Jérôme, Bertrand, Julie et les autres, ainsi que les membres de l'atelier et de l'électronique qui nous aident à concevoir, maintenir et faire évoluer les machines sur lesquelles repose notre activité expérimentale. Merci aussi à François Grillon pour sa compétence et sa serviabilité qui sont loin d'être microscopiques, merci aussi de m'avoir fait confiance en matière d'EBSD. Merci à Odile Adam de m'avoir aidée à rassembler des montagnes d'articles récemment parus sur l'EBSD pour occuper les soirées d'hiver...Merci à l'équipe administrative qui nous aide avec bonne humeur à gérer contrats et logistique. Merci à tous mes collègues, permanents ou non, du Centre des Matériaux qui font de ce laboratoire un lieu vivant de recherche et d'échanges.

Un grand merci enfin à Pierre, François et Benoît pour leur joie de vivre et d'aimer toujours neuve, les divertissements mathématiques du plus grand et l'éveil merveilleux à la vie des deux plus petits...

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES.....	1
INTRODUCTION	3
CHAPITRE I : CARACTERISATION DES PRODUITS DE TRANSFORMATIONS DE PHASE DANS LES ALLIAGES METALLIQUES.....	5
<i>I.1. Microtexture de la bainite, de la martensite et de la ferrite aciculaire dans des aciers à bas carbone</i>	5
<i>I.1.1. Bainite supérieure</i>	<i>6</i>
<i>I.1.2. Bainite inférieure et martensite en lattes.....</i>	<i>10</i>
<i>I.1.3. Ferrite aciculaire.....</i>	<i>12</i>
<i>I.1.4. Synthèse des observations sur les différentes microstructures d'acier</i>	<i>13</i>
<i>I.2. Tentatives de modélisation de la sélection de variants.....</i>	13
<i>I.2.1. Modélisation de la formation d'un variant.....</i>	<i>13</i>
<i>I.2.2. Modélisation de l'auto-accommodation entre variants.....</i>	<i>15</i>
<i>I.2.3. Evolution de la modélisation</i>	<i>17</i>
<i>I.3. Extension à d'autres transformations de phase</i>	17
<i>I.3.1. Transformations de phase au refroidissement dans les aciers inoxydables.....</i>	<i>17</i>
<i>I.3.2. Composites à matrice en alliage de titane renforcée par des fibres SiC (J24)</i>	<i>20</i>
<i>I.4. Caractérisation des produits de transformations de phase : bilan et perspectives.....</i>	22
CHAPITRE II : TRANSFORMATIONS DE PHASE, EVOLUTIONS STRUCTURALES ET PLASTICITE/VISCOPLASTICITE	23
<i>II.2. Plasticité et viscoplasticité de transformation.....</i>	25
<i>II.2.1. Aciers à plasticité induite par la transformation (effet TRIP) (J6, P14, P15)</i>	<i>25</i>
<i>II.2.2. Alliages de zirconium en scénario accidentel</i>	<i>29</i>
<i>II.3.1. Déformation des revêtements de galvanisation (J8)</i>	<i>35</i>
<i>II.3.2. Déformation des aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés vieillis (J10).....</i>	<i>36</i>
<i>II.3.3. Plasticité et rupture d'une microstructure bainitique synthétique numérique (C16)</i>	<i>38</i>
CHAPITRE III : APPROCHE LOCALE DE LA RUPTURE D'ALLIAGES METALLIQUES EN TANT QUE PRODUITS DE TRANSFORMATIONS DE PHASE.....	41
<i>III.1. Rupture fragile par clivage de joints soudés en acier</i>	41
<i>III.1.1. Etudes de compréhension sur ZAT simulées.....</i>	<i>41</i>
<i>Aspects 3D du lien entre microstructure et rupture par clivage.....</i>	<i>47</i>
<i>III.1.2. Prédiction de la rupture fragile de joints soudés.....</i>	<i>48</i>
<i>III.2. Rupture ductile ou semi-ductile de matériaux multiphasés.....</i>	56
<i>III.2.1. Rupture d'un alliage d'aluminium 6056 (J19, C6).....</i>	<i>57</i>

III.2.2. Endommagement de découpe d'aciers dual-phase de laboratoire	60
III.3. Propagation de fissures en fatigue et en fatigue-fluage	62
III.3.1. Propagation intergranulaire de fissure assistée par l'oxydation	62
III.3.2. Propagation de fissure par fatigue dans un acier inoxydable austéno-ferritique moulé.....	67
III.4. Durée de vie en fluage d'aciers inoxydables austénitiques et d'aciers ferritiques-martensitiques à 9% de chrome.....	69
III.4.1. Aciers inoxydables austénitiques : critère d'amorçage des fissures en post-traitement des calculs	70
III.4.2. Aciers à 9% de chrome	73
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	79
Caractérisation des produits de transformation de phase	80
Interactions entre transformations de phase et propriétés mécaniques.....	80
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	83
CURRICULUM VITÆ	88
LISTE DES PUBLICATIONS PERSONNELLES ET ACTIVITES D'ENCADREMENT DE PROJETS	89
Publications.....	89
Activités d'encadrement.....	93
SYNTHESE DE MES ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT	97
1. Cours, TD, TP.....	97
2. Responsabilité de l'option « Sciences et Génie des Matériaux » du cycle Ingénieurs Civils ENSMP	98

INTRODUCTION

Une quinzaine d'années après mon entrée dans le milieu de l'enseignement et de la recherche, l'habilitation est une occasion unique de faire le point sur une démarche qui m'a fait passer de la fissuration assistée par l'environnement au comportement mécanique de matériaux multiphasés. Le présent mémoire n'étant pas organisé d'une manière chronologique, on trouvera ici quelques indications sur le parcours scientifique auquel il correspond. Dans un laboratoire dédié comme le nôtre à la recherche appliquée en fort partenariat industriel, une thématique de recherche se bâtit en tenant compte à la fois des enjeux (et des envies !) scientifiques et des besoins de nos partenaires industriels. Le chemin ne va pas tout droit mais tend toujours vers le même but, à savoir pour moi le lien étroit, propre à la métallurgie mécanique, entre l'évolution structurale (représentée essentiellement ici par les transformations de phase) et les propriétés mécaniques d'alliages métalliques. Qu'on y ajoute un penchant naturel pour la caractérisation métallurgique ainsi que pour les interactions avec les collègues mécaniciens et on aura perçu le fil directeur de mon parcours scientifique.

Après une solide formation initiale dans l'option Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, sous la direction d'André Pineau et Jean-François Agassant, ponctuée par un projet de fin d'études au Centre d'Etudes et de Mise en Forme des Matériaux (Cemef) de l'Ecole (1992), je me suis tournée vers les alliages métalliques en rejoignant le Centre des Matériaux pour ma thèse de doctorat. J'ai commencé ma carrière de chercheur sur un sujet fort controversé : la fissuration par corrosion sous contrainte de l'alliage base nickel « 600 » dans le milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression. Bien malin qui pourrait dire avec certitude ce qui se passe à la pointe d'une fissure aiguë mais l'enthousiasme de l'équipe « Comportement, Microstructures et Environnement » avec à sa tête Eric Andrieu m'a permis d'aborder ce sujet avec confiance et, je l'espère, de faire avancer le problème. En suivant la piste de l'oxydation, j'ai pris goût et autonomie aussi bien aux essais mécaniques dans des conditions d'environnement chimique parfois exotiques (on teste alors autant la machine que les éprouvettes...), aux observations métallographiques à des échelles variées (de la microscopie optique à la microscopie électronique à balayage (MEB) ou en transmission (MET)) et à la modélisation du comportement mécanique complexe de cet alliage. Même si le MET ou les calculs par éléments finis ne font plus directement partie de mes activités, je poursuis avec bonheur des collaborations avec mes collègues spécialistes en ces domaines : il faut des années pour devenir un bon microscopiste en transmission ou un développeur pointu de calculs d'agrégats polycristallins...

A l'issue de ma thèse (1997), j'avais déjà eu l'occasion de co-encadrer certains de mes collègues thésards, leur servant de relais local et quotidien après le départ à Toulouse (actuelle ENSIACET) d'Eric Andrieu qui m'avait fait l'honneur de me faire confiance en ce domaine. J'ai donc accepté avec joie (et en connaissance de cause...) la proposition du Centre des Matériaux de rejoindre l'équipe « Métallurgie Mécanique » d'André Pineau, devenue depuis « Matériaux Mécanique ». Mes débuts ont consisté à co-encadrer la thèse d'Astrid Lambert-Perlade (2001) sur les microstructures bainitiques et celle de Stéphane Fréchet (2001) sur le fluage des alliages de zirconium dans le domaine biphasé. Dès le début, mes activités ont donc tourné autour du lien entre transformations de phase et propriétés mécaniques résultantes, thématique déjà présente au laboratoire, mais à réactiver pour ce qui était des transformations de phase à l'état solide. J'ai aussi participé, dès l'origine, à l'utilisation de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), dont un des premiers systèmes automatisés (et sans doute un des plus anciens encore en service...) venait d'être installé au laboratoire. Un séjour post-doctoral (1998) au Department of Materials de l'Imperial College à Londres, auprès des Professeurs Harvey Flower et Trevor Lindley, m'a permis de me familiariser avec l'EBSD dans des conditions très favorables, avant de faire profiter nos doctorants de cette nouvelle technique et des outils d'analyse que j'ai été amenée à développer.

Au cours des années qui ont suivi, mes activités de recherche se sont rapidement élargies à d'autres matériaux et à des propriétés d'usage aussi variées que la déformation plastique, la résistance au fluage, les modes de propagation de fissure par fatigue ou par rupture ductile. Au travers d'un travail essentiellement expérimental, complété sur le plan de la modélisation par le co-encadrement d'études (en particulier avec Jacques Besson et Samuel Forest), le fil conducteur de mes activités reste l'évolution métallurgique (généralement endogène mais parfois aussi liée à l'environnement chimique) des alliages métalliques et ses conséquences sur les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Parallèlement à mes activités de recherche, mes activités d'enseignement et de formation sont peu à peu montées en puissance. Initialement constituées de cours/TD de métallurgie dans le cycle Ingénieurs Civils (30h/an) et dans le master spécialisé « Comportement des matériaux et dimensionnement des structures » (20h/an), elles se sont étendues au montage complet d'un cours d'introduction aux matériaux pour les élèves ingénieurs (2004, 35h/an) puis à la reprise de l'option « Sciences et Génie des Matériaux » de l'Ecole, à la suite d'André Pineau. Qu'il s'agisse d'enseignement de deuxième ou de troisième cycle ou de l'encadrement fréquent des stagiaires et des élèves de l'Ecole, j'y trouve également l'occasion de collaborer étroitement avec les collègues d'autres laboratoires (en particulier du Cemef) et d'initier de plus jeunes aux joies et aux difficultés d'une science et d'une ingénierie à l'intersection de nombreuses disciplines. On trouvera une description plus détaillée de ces activités à la fin du présent document.

Pour présenter ce mémoire d'habilitation à diriger des recherches, j'ai organisé les différents travaux non pas selon leur chronologie mais en suivant l'histoire du matériau, à partir de sa microstructure d'emploi. Il est en effet incontournable de prendre en compte de plus en plus précisément la microstructure dans la modélisation prédictive du comportement des pièces en service.

Le premier chapitre est consacré à la caractérisation des microstructures en tant qu'elles sont héritées de l'histoire antérieure (élaboration, mise en forme, traitements thermiques...) du matériau, et en particulier de transformations de phase. Je me suis pour cela fortement appuyée sur l'EBSD pour explorer la relation entre orientation et répartition spatiale des entités cristallines, ce que l'on appelle la « microtexture ». Celle-ci nous renseigne sur les mécanismes de formation de ces produits de transformation. On en verra un exemple dans le cas de la bainite d'aciers à bas carbone.

Le deuxième chapitre aborde le lien étroit entre microstructure (et là encore, souvent, microtexture) et comportement mécanique (plasticité et viscoplasticité) d'alliages métalliques, principalement d'aciers et d'alliages de zirconium. La microstructure, à travers la stabilité thermodynamique, la taille, la morphologie, la répartition spatiale et l'orientation cristalline des phases conditionne en effet la (visco)plasticité cristalline au travers, par exemple, des incompatibilités de déformation entre cristaux, du glissement aux interfaces ou encore de transformations de phase sous sollicitation mécanique.

Le troisième chapitre étend le couplage entre microstructure (toujours en tant que produit de transformations de phase) et propriétés au cas de l'endommagement et de la rupture d'alliages industriels. Ceux-ci, de par leur microstructure complexe, présentent une grande variété de mécanismes de rupture qu'il convient d'identifier. On tâche de faire la part, autant que possible, entre l'effet du comportement propre à chaque phase (on verra un exemple de modification de la matrice d'un alliage d'aluminium) et l'effet de la microstructure (notamment de la microtexture) sur les propriétés de rupture (ductile, par clivage, intergranulaire, par fatigue...) d'alliages métalliques variés.

Les références à la littérature sont données dans un format usuel. Les références à mes publications personnelles sont notées J pour article de revue, CL pour conférence avec comité de lecture, C pour acte de congrès, P pour communication sans acte, les numéros correspondant à la liste de mes publications reportée séparément à la fin de ce mémoire.

CHAPITRE I : CARACTERISATION DES PRODUITS DE TRANSFORMATIONS DE PHASE DANS LES ALLIAGES METALLIQUES

La caractérisation des produits de transformations de phase dans les alliages métalliques a été abordée au laboratoire depuis les débuts de celui-ci, que ce soit sur les superalliages base nickel, les aciers ou d'autres matériaux. Pour ma part, j'ai repris cette thématique avec une orientation résolument tournée vers la métallurgie mécanique, selon deux axes :

- L'apport des investigations cristallographiques à l'échelle du microscope électronique à balayage (MEB) en utilisant la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), technique nouvellement disponible au laboratoire.
- Les conséquences de cet apport en termes de mécanique, que ce soit pour caractériser la formation de la microstructure ou les propriétés résultantes, qui seront abordées dans les chapitres suivants.

L'essentiel de mes travaux a porté sur les microstructures de trempe des aciers faiblement alliés : bainite, ferrite aciculaire et martensite en lattes qui se forment au cours de refroidissements rapides (dans notre cas, généralement en conditions de soudage). Alors que ces microstructures ont été depuis longtemps caractérisées à l'échelle du microscope électronique en transmission (MET), leur cristallographie n'a que récemment été caractérisée à l'échelle de l'ancien grain austénitique, souvent trop gros pour le MET.

Le développement de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) en mode automatisé, à la fin des années 1990, a permis de connaître la répartition des entités cristallines (du moins en deux dimensions) dans les anciens grains austénitiques et de corréler orientation cristalline et répartition spatiale, ce que l'on appelle la « microtexture ». En ce qui concerne les microstructures de trempe des aciers, quelques équipes notamment européennes [Dronhofer et coll. 2003] et japonaises [Nakashima 2001, Morito et coll. 2003 et 2006] se sont lancées en même temps que nous dans l'aventure, principalement sur la martensite en lattes dont la microtexture en deux dimensions est à présent bien connue.

1.1. Microtexture de la bainite, de la martensite et de la ferrite aciculaire dans des aciers à bas carbone

Le point de départ de nos études de microtexture a été suggéré par l'observation des microstructures de bainite obtenues dans le cadre de la thèse d'Astrid Lambert-Perlade (Figure I-1). L'acier faiblement allié considéré (0,07C-1,5Mn-0,32Si-0,12Mo-0,47Ni-0,014(Nb+V)), de microstructure initiale ferrito-perlitique, a été soumis à des cycles thermiques rapides (pics de température à 1250°C) qui simulent une zone affectée thermiquement par le soudage (ZAT). Ces traitements thermiques seront détaillés au début du chapitre III.

Dans les microstructures bainitiques obtenues par ces traitements thermiques, pourquoi donc des composés martensite-austénite retenue (M-A) « massifs », issus de la transformation partielle de l'austénite restante après la formation de la matrice bainitique, se trouvent-ils aux joints de grains (lieu supposé de la germination de la bainite) et à l'intérieur même des paquets bainitiques ? Pour répondre à cette interrogation, nous avons étudié d'une part les composés M-A en détail [J6, CL5] et d'autre part la formation des paquets de bainite de la matrice. Nous nous concentrerons ici sur cette dernière. Rappelons que les cristaux de ferrite bainitique se forment avec une certaine relation d'orientation avec l'austénite mère. A partir de chaque grain d'austénite, de structure cubique à faces centrées, vingt-quatre « variants » de ferrite bainitique (de structure cubique centrée) sont susceptibles de se former avec le même type de relation d'orientation.

Bien qu'il soit difficile de parler d'une « unique » relation d'orientation entre austénite γ et ferrite α [J25], on considérera, pour fixer les idées, les relations d'orientation les plus couramment utilisées dans la littérature, qui ne sont suivies qu'à quelques degrés près dans le cas des microstructures qui nous intéressent :

- Relation de Kurdjumov-Sachs (K-S) : $\{011\}_{\alpha} // \{111\}_{\gamma}$ et $\langle 1\bar{1}1 \rangle_{\alpha} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$;
- Relation de Nishiyama-Wassermann (N-W) : $\{011\}_{\alpha} // \{111\}_{\gamma}$ et $\langle 01\bar{1} \rangle_{\alpha} // \langle \bar{2}11 \rangle_{\gamma}$.

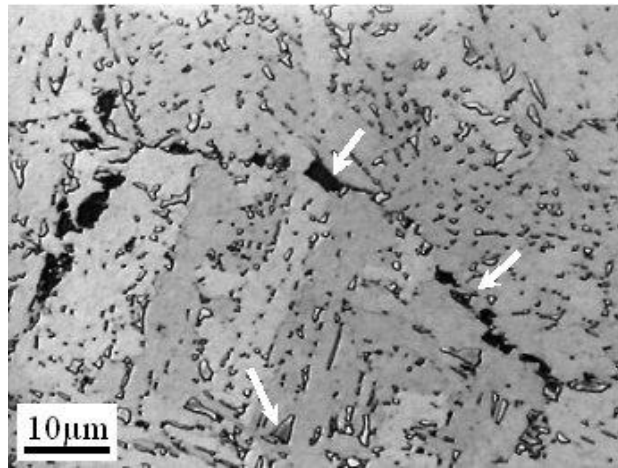


Figure I-1 : Microstructure de bainite supérieure simulant une zone affectée thermiquement par le soudage dans un acier à bas carbone faiblement allié. Quelques composés M-A sont indiqués par des flèches. D'après [J14].

1.1.1. Bainite supérieure

La première piste a consisté à déterminer la microtexture, à l'échelle d'un ou de quelques grains d'austénite (échelle difficilement accessible au MET), de la bainite supérieure complètement formée dans des aciers faiblement alliés, soit en zone affectée thermiquement (ZAT), soit sur une nuance trempée revenue (16MND5) [J4]. Comme les systèmes d'EBSD étaient encore relativement lents (une nuit pour une cartographie de 20000 points environ) et peu disponibles, nous avons systématiquement corrélé nos analyses EBSD avec des observations plus conventionnelles (et plus accessibles à la plupart de nos partenaires industriels) par microscopie optique et au microscope électronique à balayage (MEB). Parallèlement au démarrage de l'activité EBSD au Centre des Matériaux que j'ai assuré en collaboration avec François Grillon, j'ai bénéficié, pour cette étude, d'un système EBSD largement disponible au Department of Materials de l'Imperial College (Londres). Deux résultats nous ont surpris au premier abord.

Première surprise : on ne trouve pas de correspondance claire entre orientation morphologique (directions longues des groupes de lattes de bainite séparées par des secondes phases, observables au microscope optique) et orientation cristalline, ni dans un sens, ni dans l'autre. Un « joint » observé au microscope optique peut ne représenter qu'une très faible désorientation cristalline, tandis qu'un paquet apparemment « uniforme » au microscope optique peut être en fait constitué d'entités d'orientations cristallines très différentes (Figure I-2).

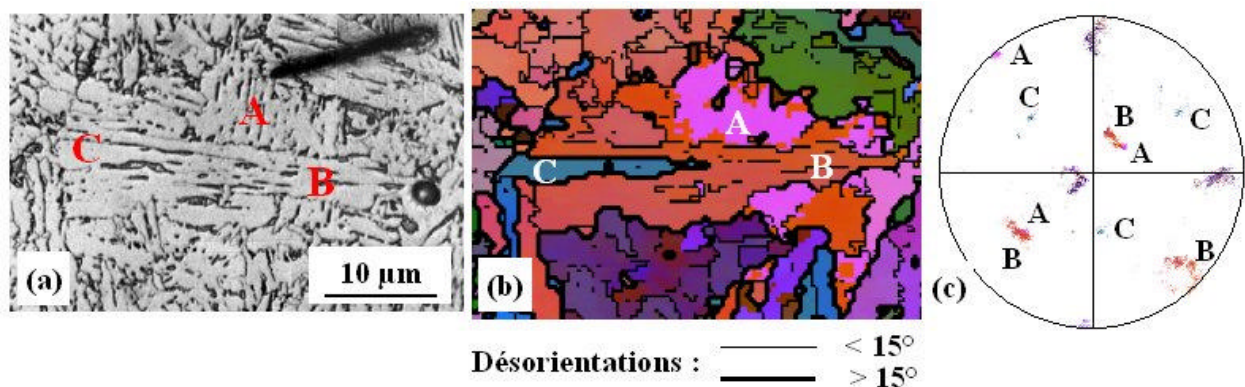


Figure I-2 : Absence de corrélation entre orientation morphologique et orientation cristalline dans la microstructure bainitique de l'acier de la Figure I-1. (a) Micrographie optique, attaque nital (le trait noir en haut à droite est une microfissure de clivage) ; (b) cartographie EBSD correspondante ; (c) figure de pôles {100} montrant, entre autres, l'orientation cristalline de trois zones A, B et C. Les repères A et B désignent deux paquets d'orientations morphologiques différentes et d'orientations cristallines voisines. Les repères B et C désignent deux paquets d'orientations morphologiques proches et d'orientations cristallines très différentes. D'après [J15].

Deuxième surprise : outre une forte densité de joints de faible désorientation dans les paquets de bainite (Figure I-3), certaines désorientations théoriquement possibles (typiquement autour de 20°) entre variants voisins, formés à partir du même grain d'austénite mère, ne sont jamais trouvées expérimentalement, du moins sur un grand nombre de coupes en deux dimensions (Figure I-4). On peut donc supposer qu'il existe une microtexture locale marquée, certaines associations entre variants étant « interdites » et d'autres, au contraire, favorisées. Comme on le verra par la suite, une telle sélection a des conséquences importantes sur les propriétés à rupture, ce qui nous a amenés à poursuivre nos investigations pour pister la formation de cette microtexture particulière. Pour cela, il fallait notamment pouvoir retrouver l'orientation des grains d'austénite mère.

Les particules d'austénite retenue étant trop petites et/ou trop riches en défauts pour donner des clichés EBSD exploitables, nous sommes partis de la matrice de ferrite bainitique elle-même pour « remonter » à l'orientation du grain d'austénite, en utilisant une méthode graphique à partir des figures de pôles {100} obtenues par EBSD (Figure I-5). L'austénite se trouve au centre des figures géométriques fermées, marquant les trois composantes de texture (ou « zones de Bain », à une dizaine de degrés d'une rotation de 45° autour d'un axe $\langle 100 \rangle$ de l'austénite) adoptées par les différents variants de ferrite.

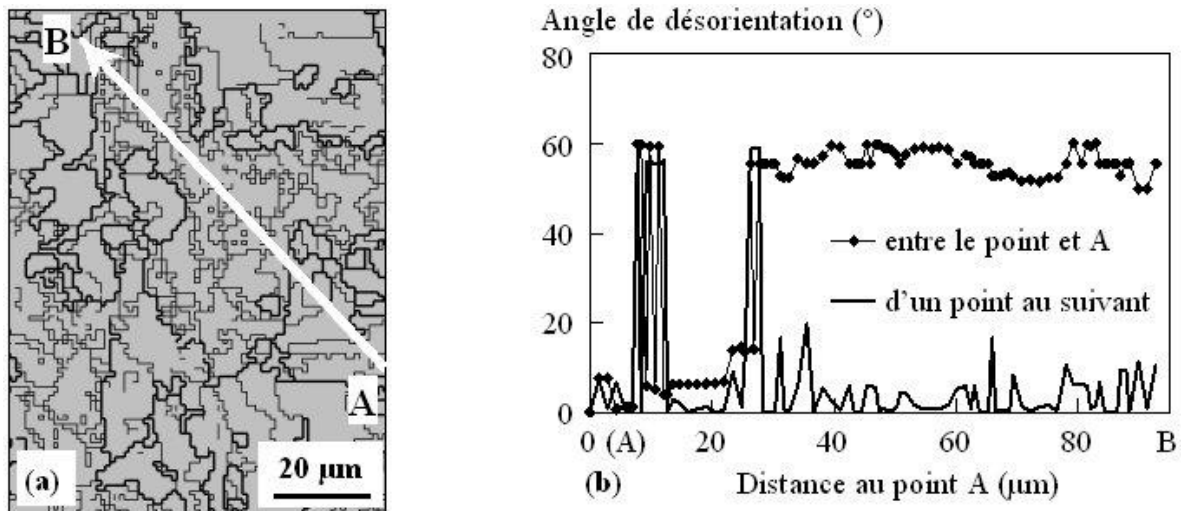


Figure I-3 : Dans la microstructure de la Figure I-1, (a) joints de faible désorientation ($<15^\circ$, lignes fines) et joints de forte désorientation (lignes épaisses) révélés par EBSD ; (b) profil de désorientation le long de la ligne AB : les désorientations locales atteignent facilement 5 à 10° sans nécessairement se cumuler. D'après [J4].

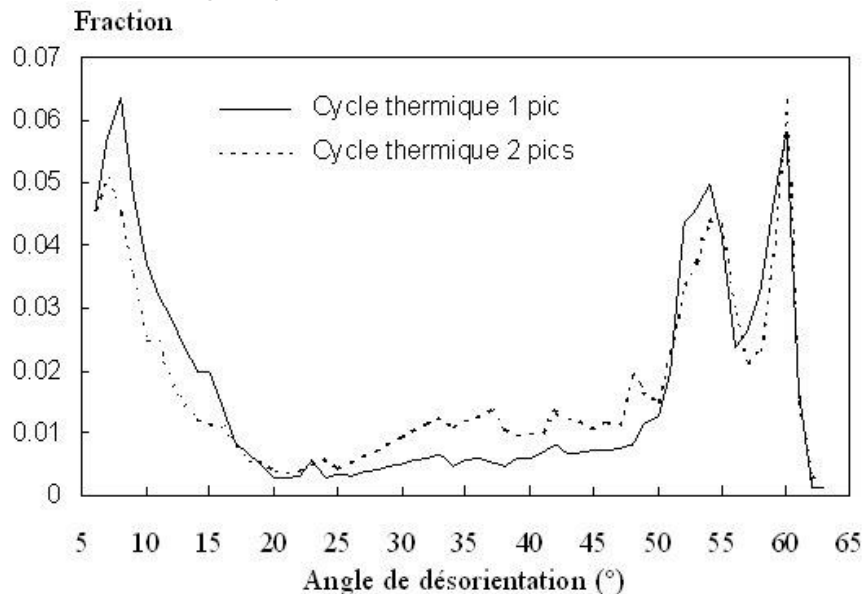


Figure I-4 : Histogrammes des désorientations locales dans deux microstructures de bainite supérieure légèrement différentes (par les secondes phases) de l'acier des Figures I-1 à I-3. On remarque une forte proportion de joints de faible désorientation ($<10^\circ$) et de joints de forte désorientation supérieure à 45° . D'après [J4].

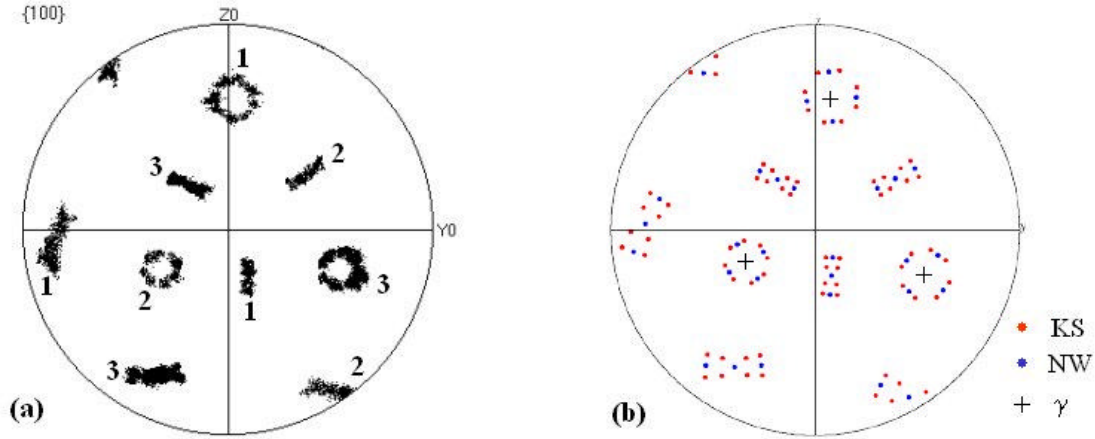


Figure I-5 : Reconstruction, par méthode graphique, de l'orientation du grain d'austénite mère à partir de la figure de pôles {100} des cristaux de ferrite bainitique formés dans ce grain d'austénite (microstructure de la Figure I-1). (a) Figure de pôles expérimentale (les trois zones de Bain sont numérotées) ; (b) reconstitution de l'orientation du grain d'austénite et calcul des orientations de la bainite d'après les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs (KS) et Nishiyama-Wassermann (NW). D'après [J15].

Une telle méthode était inédite car difficilement utilisable avec les données fournies par le MET (les zones analysées étant plus petites) et inutilisable en diffraction des rayons X, à moins de disposer d'une austénite à très gros grains. Elle a depuis été utilisée dans la littérature [Cabus et coll. 2004], parallèlement à d'autres méthodes reposant sur le calcul algébrique (voir par exemple [Humbert et coll. 1995, Gey et Humbert 2003, Glavicic et coll. 2003, Germain et coll. 2004 et 2007, Glavicic et coll. 2004]). En comparant ensuite les orientations individuelles de la ferrite bainitique avec celle de l'austénite mère, on aboutit à des relations d'orientation généralement non uniques, du fait des gradients d'orientation dans la bainite (mis notamment en évidence par EBSD mais aussi par MET [Su et coll. 2006]) et des possibles gradients d'orientation de l'austénite retenue (Figure I-6). Ces gradients peuvent résulter de la relaxation des contraintes (appliquées ou internes) lors de la transformation de phase ou après celle-ci. On peut partiellement contourner ces obstacles si on a accès, par exemple, à l'austénite retenue entre les lattes de ferrite bainitique [Réglé et coll. 2004] mais une rotation « plastique » des particules d'austénite par rapport à leur orientation originelle n'est pas à exclure. La méthode graphique, simple et rapide, est donc généralement suffisante au vu des données expérimentales disponibles.

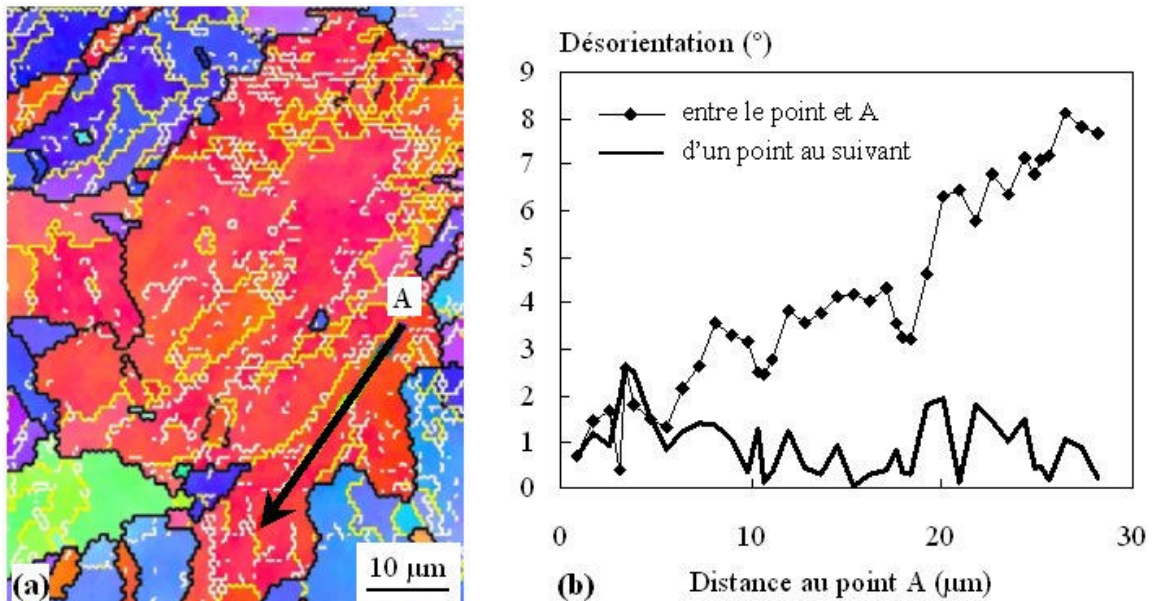


Figure I-6 : Gradient d'orientation le long d'un groupe de lattes de bainite d'un acier (0,07C-1,4Mn-0,4Si-V) après un cycle thermique simulant le soudage : (a) cartographie EBSD ; (b) profil de désorientation. Il n'est pas possible de trouver une « unique » relation d'orientation si on ne prend en compte qu'une seule orientation pour le grain d'austénite mère comme c'est le cas sur la Figure I-5. D'après le stage de DEA de G. Paillart.

A la suite de ces premiers travaux, la deuxième piste a consisté à étudier des microstructures partiellement transformées, en interrompant notamment la formation de la bainite par un refroidissement rapide transformant le reste de l'austénite en martensite [J15]. On s'aperçoit notamment, sur coupes métallographiques, que la plupart des joints de grains austénitiques ne sont pas des sites de développement de la bainite (Figure I-7 a et b), seuls certains joints étant privilégiés. Même si le paquet de bainite se développe le plus souvent dans un seul des deux grains d'austénite adjacents, il arrive fréquemment qu'il se développe simultanément dans les deux grains austénitiques voisins, en maintenant la relation d'orientation avec chacun d'entre eux. Ceci explique le fait qu'il soit difficile de révéler tous les anciens joints de grains austénitiques par attaque métallographique sur ces microstructures. Les joints de grains non concernés par la germination de la bainite ne sont donc pas des points de « départ » mais des points « d'arrivée » de la transformation bainitique, ce qui éclaire la présence d'austénite retenue à proximité de ces joints de grains.

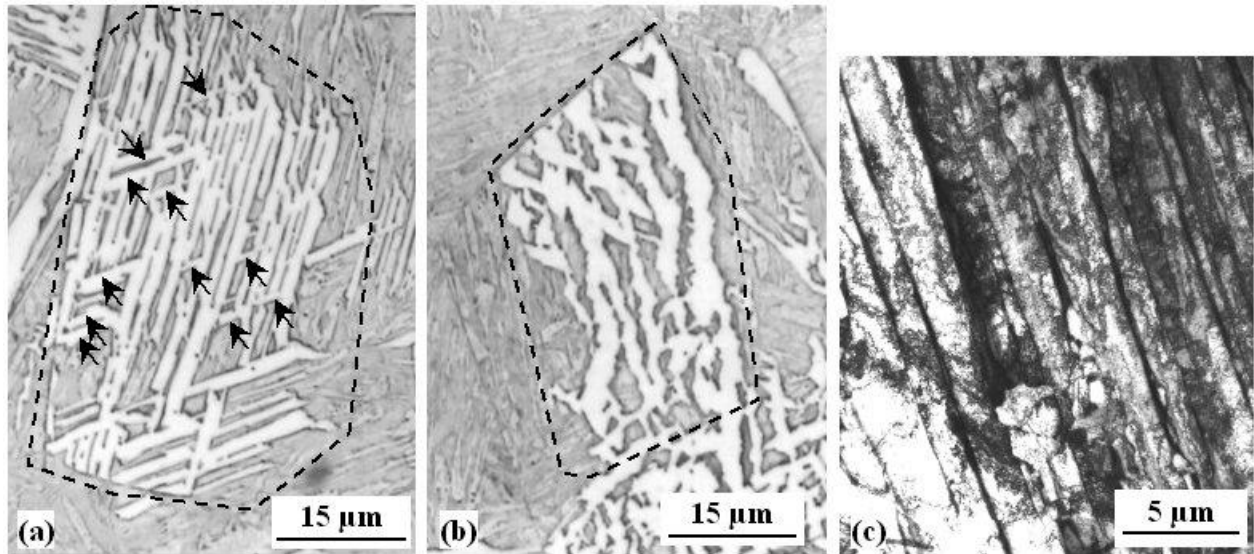


Figure I-7 : Microstructure de bainite partiellement transformée après un chauffage de l'acier de la Figure I-1 à 520°C/s jusqu'à 1250°C et un temps de refroidissement entre 800 et 500°C, $\Delta t^{8/5} = 25s$ (a) et 120s (b), interrompu par trempe martensitique. Microscopie optique, attaque au métabisulfite de sodium 1%. La bainite apparaît en blanc, la matrice martensitique de trempe est légèrement colorée. Les flèches indiquent des groupes de lattes faisant partie du même paquet de bainite en cours de formation (délimité en pointillés) juste avant la trempe. (c) Image MET en fond clair, sur lame mince, d'un groupe de lattes après la fin de la transformation bainitique pour $\Delta t^{8/5} = 25s$. D'après [J15].

Il reste à comprendre pourquoi les composés M-A (en dehors des films interlattes) apparaissent comme équiaxes, voire souvent polyédriques. C'est la morphologie et la microstructure des paquets de bainite après transformation interrompue qui nous a permis d'éclairer ce point. On parle parfois de bainite « granulaire », voire « rectangulaire » à ce propos [Reynolds et coll. 1990, Bramfitt et Speer 1990, Liu et Zhang 1990, Liu et coll. 1994, Tian et coll. 1996, Ohmori et coll. 2001, Zhang et Kelly 2002].

Dans les aciers à bas carbone faiblement alliés, la microtexture d'un paquet de ferrite bainitique peut être décrite de la manière suivante. Des « groupes de lattes », d'orientations morphologiques et cristallines voisines d'après les observations par MET, (Figure I-7c), se développent parallèlement les uns aux autres dans le même futur paquet de bainite (Figure I-7a). Lorsque les conditions de refroidissement amènent à une transformation rapide, les interfaces entre ces groupes de lattes et la matrice austénitique (transformée en martensite après interruption du cycle thermique) sont très rectilignes et bien parallèles entre elles. Lorsque les conditions thermiques autorisent une transformation plus lente, un épaississement de ces groupes de lattes conduit à une morphologie plus irrégulière (Figure I-7b). Bien que ces deux microstructures aient été caractérisées après des cycles thermiques différents, il n'est pas exclu que la formation de ces groupes de lattes se soit produite en deux étapes : un développement rapide par allongement (avec des interfaces

latérales rectilignes et peut-être peu mobiles), suivi d'un épaissement plus lent, au caractère diffusif plus évident (cf. [Ohmori et coll. 2001]).

Quoi qu'il en soit, ces groupes de lattes ne se forment pas seuls dans un même futur paquet. On trouve deux ou trois familles d'orientations cristallines proches mais d'orientations morphologiques très différentes (Figure I-8). Dans une famille donnée, le rapport d'élancement des groupes de lattes est homogène mais celui-ci diffère sensiblement d'une famille à l'autre. Ceci est dû à un effet de section (par une coupe en deux dimensions) si on postule que les groupes de lattes, voire les paquets sont des objets vraisemblablement aplatis. Une telle morphologie peut, en outre, par effet d'échantillonnage, donner faussement l'impression d'une transformation de phase très hétérogène. La vision en deux dimensions n'est clairement pas suffisante et une étude morphologique en trois dimensions (3D) serait à faire. Des études en cours [Drillet 2005] tendent à confirmer cette hypothèse et montrent une morphologie 3D des paquets de bainite (ici « granulaire ») très complexe. Une telle microtexture a immédiatement les conséquences suivantes :

- Si la transformation est incomplète, une partie de l'austénite non transformée peut se retrouver, à l'intérieur même des paquets, sous forme de particules discrètes, plus ou moins équiaxes, plus ou moins polygonales en 2D, à l'intersection entre groupes de lattes de morphologies différentes ; une telle distribution caractérise parfois une bainite « granulaire », peut-être à tort dans certains cas.
- Une densité élevée de joints de faible désorientation est présente dans les paquets de bainite supérieure. Ces joints sont issus des désorientations entre variants différents des groupes de lattes non parallèles. Ils ne sont cependant que d'une très faible utilité pour arrêter une microfissure de clivage, comme on le verra dans le Chapitre III.

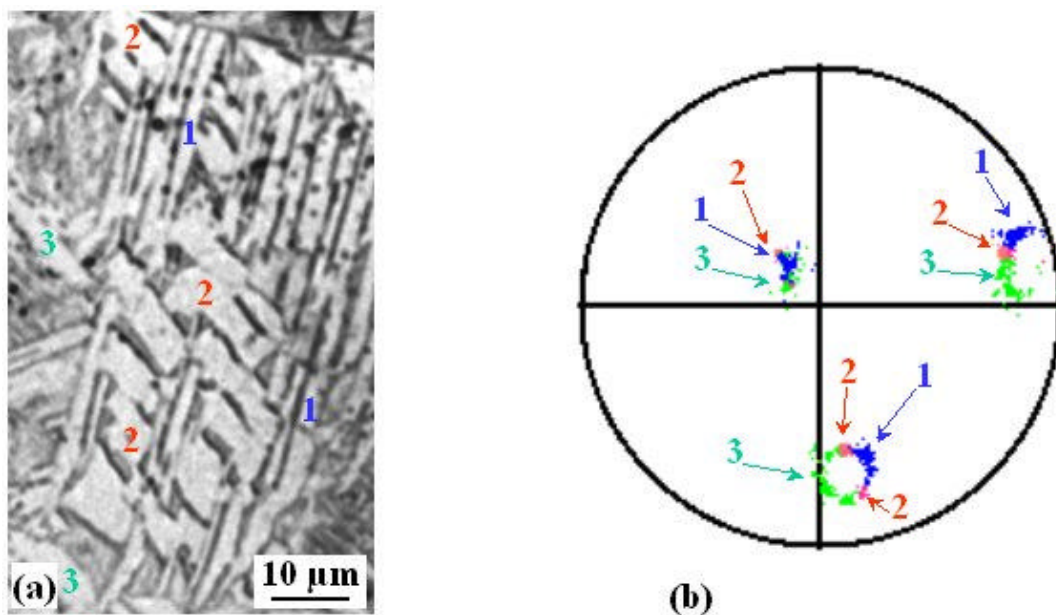


Figure I-8 : Analyse par EBSD d'un paquet de bainite partiellement formé (acier de la Figure I-1, chauffé à 1250°C, refroidi avec $\Delta t^{8/5} = 25s$ avant interruption par trempe). (a) Micrographie optique (attaque nital) ; (b) figure de pôles {100} de la ferrite bainitique, montrant que les groupes de lattes des familles 1, 2 et 3, bien que de morphologies très différentes, appartiennent à la même zone de Bain du grain d'austénite mère. D'après [J15].

I.1.2. Bainite inférieure et martensite en lattes

L'élargissement de l'étude à d'autres microstructures de trempe a été motivé par la sensibilité, variable selon la microstructure, de l'acier de cuve (16MND5) des réacteurs nucléaires à eau sous pression (REP) français à la fragilisation de revenu réversible dans les zones ségréguées en phosphore. La bainite supérieure est peu sensible à la rupture intergranulaire à froid après revenu, tandis que la bainite inférieure et la martensite en lattes y sont très sensibles [Raoul et coll. 1998], alors même que l'austénite initiale a été obtenue de la même manière et que ses joints de grains possèdent en moyenne les mêmes caractéristiques d'une microstructure de trempe à l'autre. Nous avons donc exploré la microtexture de structures de bainite supérieure, de bainite inférieure et de martensite obtenues par refroidissement à partir d'échantillons d'acier 16MND5 synthétique

à haute teneur en phosphore, dans des conditions d'austénitisation identiques (1100°C pendant 30 min), en focalisant notre attention sur les types d'interfaces rencontrées dans ces microstructures.

Les investigations par EBSD de cet acier [J4], confirmées plus tard par des études sur zones affectées thermiquement par le soudage (ZAT) simulées d'aciers 2,25Cr-1Mo et 9Ni [C9] ont montré que la bainite inférieure et la martensite en lattes possèdent sensiblement la même microtexture, qui a été décrite plus en détail par l'équipe de T. Maki [Nakashima 2001, Morito et coll. 2003 et 2006] pour d'autres compositions d'aciers et d'autres conditions de traitement thermique (Figure I-9) : les lattes d'un même variant sont regroupées par « blocs » de deux variants faiblement désorientés. Les blocs sont regroupés en « paquets », entités dans lesquelles les lattes possèdent des orientations morphologiques proches (du moins en 2D) mais sont séparées par des joints de forte désorientation particuliers : dans un même paquet, les lattes ont un plan {110} sensiblement parallèle au même plan dense {111} de l'austénite mère. Cette condition supplémentaire implique qu'une grande partie des nombreuses interfaces internes aux paquets soit de type $60^\circ \langle 111 \rangle$, donc proches de la coïncidence des joints de macles. On conçoit que les espèces chimiques fragilisantes puissent éventuellement éviter ces interfaces et viennent ségréger aux interfaces de plus forte énergie, mais moins nombreuses que sont les joints de paquets (moins denses en nombre que dans la bainite supérieure) et les anciens joints austénitiques. S'ils y atteignent une teneur critique, la rupture intergranulaire pourrait alors se déclencher à basse température en lieu et place de la rupture ductile et de la rupture par clivage.

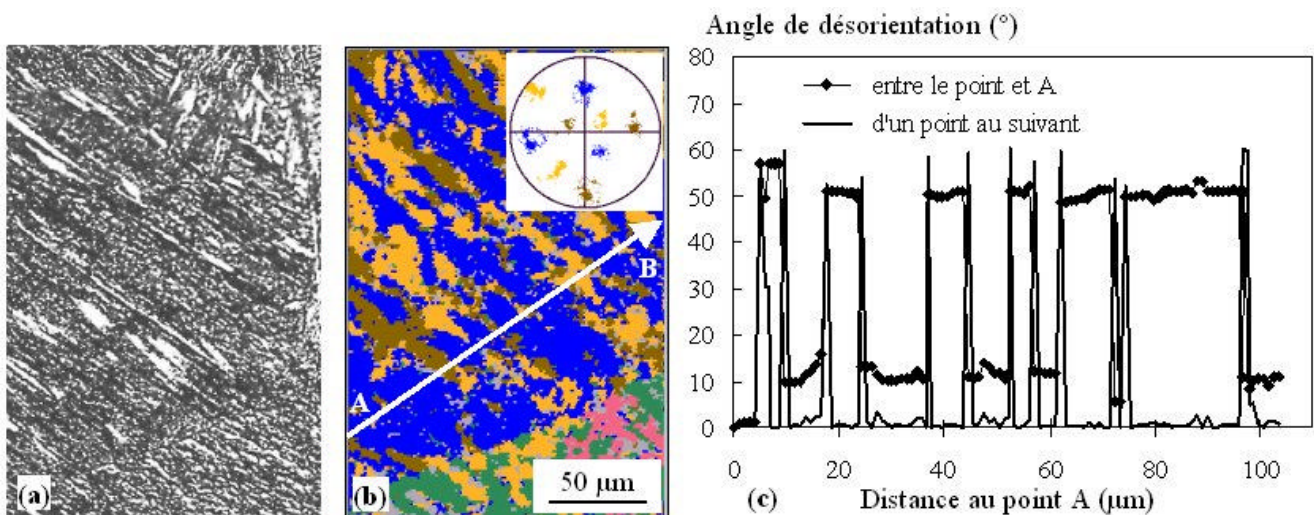
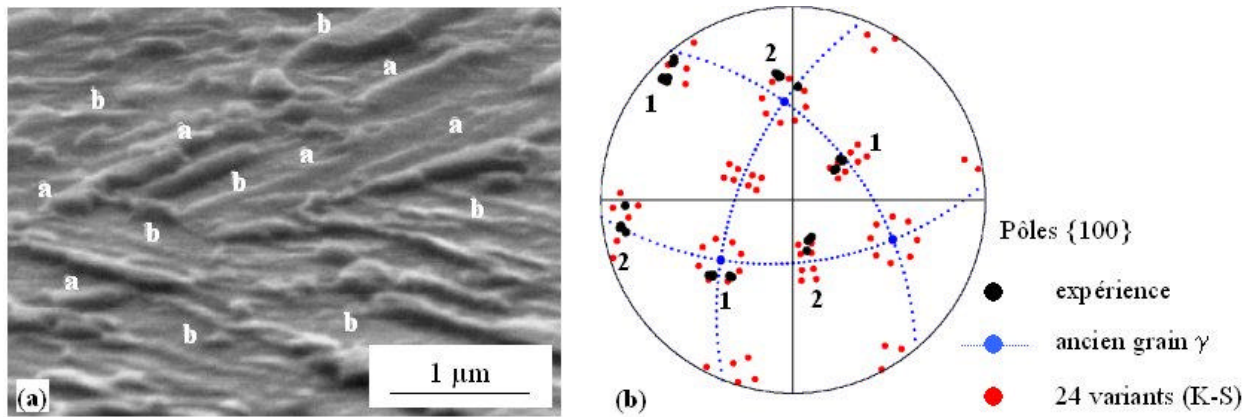


Figure I-9 : Microtexture d'un paquet de martensite en lattes dans un acier 16MND5 austénitisé à 1100°C pendant 30 min et refroidi à 1°C/s. (a) micrographie (attaque nital) ; (b) cartographie EBSD et figure de pôles {100} correspondante de la martensite (une couleur par zone de Bain) ; (c) traversée du point A au point B : désorientation par rapport à l'origine (A) et d'un pixel à son voisin. D'après [J4].

Les paquets de bainite inférieure et de martensite sont constitués de groupes de variants morphologiquement parallèles mais d'orientations cristallines très différentes, ces groupes sont parfois très petits sur coupes métallographiques 2D. A titre d'exemple, sur l'acier 2,25Cr-1Mo martensitique on change de zone de Bain au bout de quelques lattes seulement (Figure I-10), sur une distance de l'ordre du micromètre. Notons que pour ce type d'étude, le fait de disposer, au Centre des Matériaux, d'un MEB équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) a été un point important. Comme dans la bainite supérieure, les désorientations de l'ordre de 20° ne sont jamais retrouvées sur coupes 2D entre variants voisins [C10]. Une telle microtexture est donc caractérisée, comme pour la bainite supérieure, par une forte sélection locale de variants, qui est différente de celle qui régit la formation des paquets de bainite supérieure. Elle est caractérisée en 2D par une grande densité de joints de forte désorientation. Si ceux-ci ne protègent pas l'acier vis-à-vis de la fragilisation de revenu réversible, nous verrons dans le Chapitre III que la propagation de fissure par clivage nous y réserve aussi quelques surprises...



1.1.3. Ferrite aciculaire

On appellera ici « ferrite aciculaire » une microstructure formée de plaquettes fines de ferrite, germées sur des secondes phases intragranulaires de l'austénite et très enchevêtrées les unes dans les autres. Cette microstructure est notamment rencontrée dans les cordons de soudure au niveau du métal fondu, en même temps que des grains de ferrite primaire pouvant tapisser l'ancien joint de grains austénitiques (Figure I-11). Tandis que les grains de ferrite primaire croissent généralement dans les grains avec lesquels ils n'ont pas de relation d'orientation particulière, la ferrite aciculaire se développe avec une relation d'orientation dans son grain d'austénite d'origine. Les différentes plaquettes sont très désorientées les unes par rapport aux autres, à la fois morphologiquement et cristallographiquement, induisant une microtexture très fine avec peu de joints de faible désorientation par comparaison avec la bainite supérieure (Figure I-12). Une sélection locale de variants est toujours observée à travers les désorientations « interdites » de 20° entre voisins, même si sur l'ensemble d'un ancien grain austénitique aucune sélection de variant particulière n'est mise en évidence par coupe 2D.

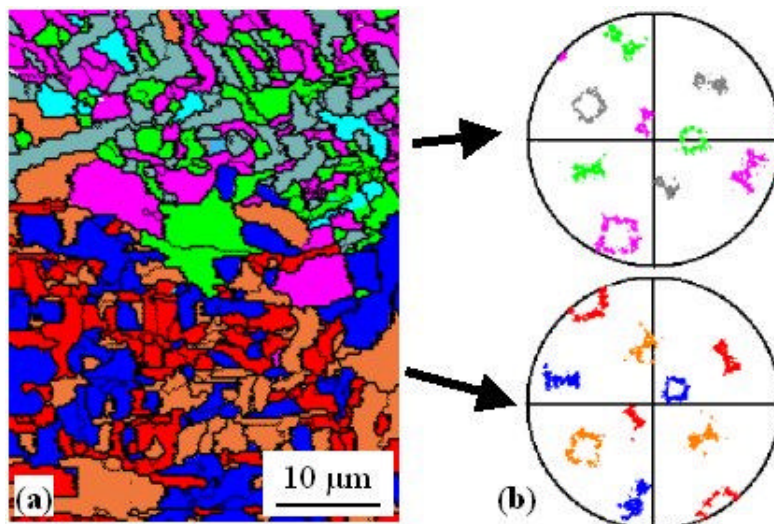


Figure I-11 : Microtexture de ferrite aciculaire issue du métal fondu d'un cordon de soudure d'acier 0,07C-0,25Si-1,6Mn-0,0022B (énergie de soudage 2 kJ/mm). (a) étude par EBSD autour d'une portion d'ancien joint austénitique (une couleur par zone de Bain de chaque côté du joint austénitique) ; (b) projection stéréographique des pôles {100} associés. D'après [J25].

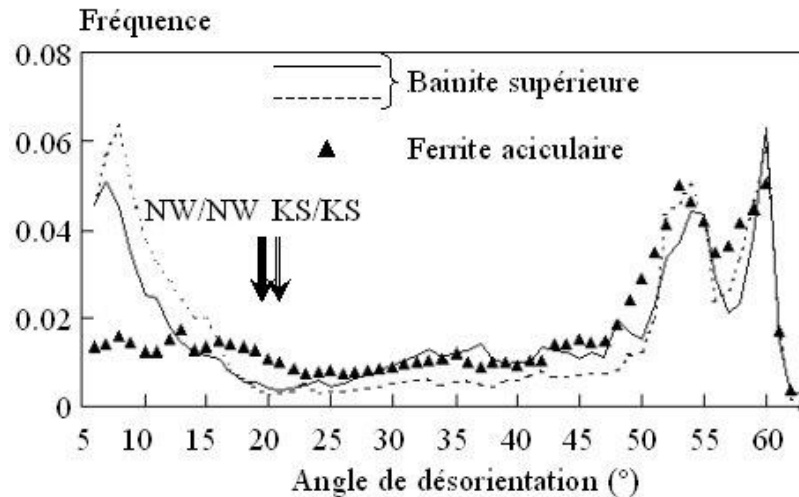


Figure I-12 : Histogrammes de désorientations entre cristaux voisins dans la bainite supérieure (même acier que pour la Figure I-1) et la ferrite aciculaire (même acier que pour la Figure I-11). Les paires de variants désorientés de 20° ne sont jamais voisines ; noter l'écart en densité de joints de faible désorientation entre les deux types de microstructures. D'après [J4].

I.1.4. Synthèse des observations sur les différentes microstructures d'acier

Les premières études mentionnées ci-dessus ont montré, pour différentes compositions chimiques et différentes conditions de traitement thermique, qu'à un type de microstructure pouvait être associé un type de microtexture et que dans tous les cas une sélection locale de variants existait. Une modélisation simple des différentes transformations de phase conduisant à ces microstructures a donc été entreprise pour tenter de comprendre l'origine de ces microtextures et le degré d'auto-accommodation (entre variants voisins) qu'elles pouvaient présenter.

I.2. Tentatives de modélisation de la sélection de variants

L'objectif des travaux présentés ici [J15, C10] est de tester un modèle micromécanique simple, intégrant autant de données physiques que possible, pour interpréter d'un point de vue micromécanique les différentes sélections locales de variants mises en évidence expérimentalement, en particulier dans la bainite et la martensite en lattes. Nous avons procédé pour cela en deux étapes :

1. Modélisation de la transformation d'un seul variant : en calculant, via une théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMC), les déformations propres (« libres de contraintes ») et les plans d'habitat associés à chacun des variants.
2. Modélisation des interactions entre variants, à l'aide d'un modèle semi-analytique à champs moyens résolvant un problème d'inclusion d'Eshelby.

I.2.1. Modélisation de la formation d'un variant

Pour caractériser un variant, nous nous sommes attachés aux « groupes de lattes » rencontrés lors de la formation des paquets de bainite supérieure qui ont, soit dit en passant, des orientations morphologiques identiques à celles des lattes de martensite de trempe formée juste à côté. Il semble donc légitime de considérer le même type de plan d'habitat pour ces deux microstructures. Etant donné que les joints de lattes eux-mêmes sont très sinueux, nous avons considéré les interfaces bien rectilignes des groupes de lattes comme « habitat » pour la bainite supérieure. Les traces de ces plans, déterminées par EBSD dans des aciers de différentes compositions chimiques, sont assez proches de $\{557\}_\gamma$ ou $\{223\}_\gamma$ (Figure I-13). Dans les aciers étudiés, aucune de ces deux microstructures n'a vraisemblablement pour plan d'habitat $\{111\}_\gamma$, comme c'est

le cas pour la bainite d'aciers à plus haute teneur en carbone [Pickering 1967, Sarikaya et coll. 1986, Luo et coll. 1992, Ohmori et coll. 2001], d'autant plus que l'on observe généralement plus de quatre orientations différentes de traces dans chaque ancien grain d'austénite.

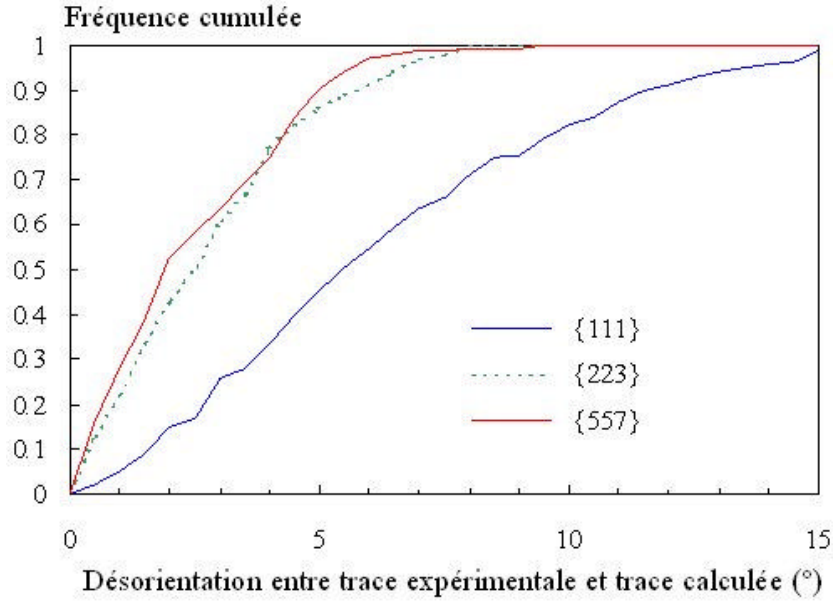


Figure I-13 : Fonction de distribution cumulée des écarts entre les traces déterminées expérimentalement et celles calculées de $\{111\}_\gamma$, $\{223\}_\gamma$ et $\{557\}_\gamma$. D'après les transparents présentés avec [C10].

Malgré la multiplicité élevée des plans $\{557\}_\gamma$ et $\{223\}_\gamma$, on a vérifié, pour chaque grain d'austénite mère, que l'orientation des traces était au moins deux fois plus fréquemment à moins de 5° de celle d'un plan de ce type que ne l'aurait été une ligne choisie arbitrairement. Pour fixer les idées, la famille $\{557\}_\gamma$ a été choisie.

Une fois le plan d'habitat choisi, il faut utiliser une théorie de type PTMC susceptible de prédire ce plan d'habitat. Selon ces théories (qui, comme leur nom l'indique, sont phénoménologiques et ne prétendent pas décrire un mécanisme de transformation de phase), la déformation « macroscopique » $\mathbf{F}$ qui laisse invariant le plan d'habitat est la combinaison de la déformation de Bain [1924], $\mathbf{B}$ (distorsion du réseau liée au changement de structure cristalline), d'une rotation de corps rigide, $\mathbf{R}$, et d'un ou plusieurs cisaillements hétérogènes laissant le réseau invariant presque partout. Pour obtenir un plan d'habitat de type $\{557\}_\gamma$, $\{223\}_\gamma$ ou même $\{111\}_\gamma$, il est nécessaire d'introduire deux systèmes de cisaillement $\mathbf{S}_1$ et $\mathbf{S}_2$, ce qui s'écrit, en grandes transformations :

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{B} \cdot \mathbf{S}_2 \cdot \mathbf{S}_1 \quad (\text{I-1})$$

$\mathbf{B}$ est donnée par les paramètres de maille de chaque phase et par le choix d'une « correspondance », c'est-à-dire, in fine, d'un variant. $\mathbf{S}_1$ et $\mathbf{S}_2$ sont pris dans la littérature, parmi plusieurs possibilités conduisant à un plan d'habitat $\{557\}_\gamma$ [Ross et Crocker 1970, Kelly 1996]. Pour le variant de référence de Bowles-Mackenzie (initiateurs, avec d'autres, de ces théories [Bowles et Mackenzie 1954]), on utilise les valeurs suivantes :

$${}_\alpha \mathbf{C}_\gamma = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \text{ est la correspondance exprimée dans le repère } \langle 001 \rangle_\alpha \text{ de la phase fille ;} \quad (\text{I-2})$$

$$\mathbf{B} = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix} \text{ est la déformation de Bain exprimée dans le repère } \langle 001 \rangle_\gamma \text{ de l'austénite mère ;} \quad (\text{I-3})$$

$$\mathbf{S}_i = \mathbf{I} + \frac{g_i}{|\mathbf{d}_i| \cdot |\mathbf{p}_i|} \cdot \mathbf{d}_i \otimes \mathbf{p}_i, \quad i = 1 \text{ ou } 2, \text{ sont les deux cisaillements hétérogènes.} \quad (\text{I-4})$$

Dans l'équation précédente, $\mathbf{I}$ est le tenseur identité du second ordre et pour $i = 1$ ou 2 , $\mathbf{d}_i$ est la direction de cisaillement et $\mathbf{p}_i$ est la normale au plan de cisaillement.

Nous avons choisi les systèmes suivants : $(11\bar{5})[1\bar{1}0]_\gamma$ correspondant à $(\bar{2}31)[11\bar{1}]_\alpha$ pour $\mathbf{S}_1$ et $(311)[0\bar{1}1]_\gamma$ correspondant à $(211)[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ pour $\mathbf{S}_2$. L'amplitude du cisaillement, g_i , est fixée pour g_2 à 0,130 (de manière à obtenir un plan $\{557\}_\gamma$ [Kelly 1992]). Les valeurs des paramètres de maille sont respectivement de 0,359 nm pour l'austénite et de 0,286 nm pour la phase fille (considérée ici comme cubique).

$$\text{On écrit pour } \mathbf{S}_1: \mathbf{S}_1 = \mathbf{I} + \frac{g_1}{|\mathbf{d}_1| \cdot |\mathbf{p}_1|} \cdot \mathbf{d}_1 \otimes \mathbf{p}_1, \text{ et pour } \mathbf{S}_2: \mathbf{S}_2 = \mathbf{I} + \frac{g_2}{|\mathbf{d}_2| \cdot |\mathbf{p}_2|} \cdot \mathbf{d}_2 \otimes \mathbf{p}_2 \quad (\text{I-5})$$

Le calcul fournit la relation d'orientation entre l'austénite et le variant de phase fille (qui dépend notamment de $\mathbf{R}$), la valeur de g_1 et la donnée de $\mathbf{F}$ (dont le plan d'habitat, de normale $\mathbf{h}$). La relation d'orientation donnée par ce calcul est proche des relations de Kurdjumov-Sachs et Nishiyama-Wassermann. Les 24 éléments de symétrie ponctuelle de la structure cubique à faces centrées de l'austénite conduisent à 24 correspondances et donc à 24 variants, dont les orientations cristallines et le plan d'habitat sont donnés à titre d'exemple sur la Figure I-14. Les désorientations entre variants prédites par cette théorie ne sont ni mieux, ni moins bien respectées expérimentalement que pour les relations d'orientation de type Kurdjumov-Sachs ou Nishiyama-Wassermann, en partie à cause des désorientations internes aux groupes de lattes de bainite.

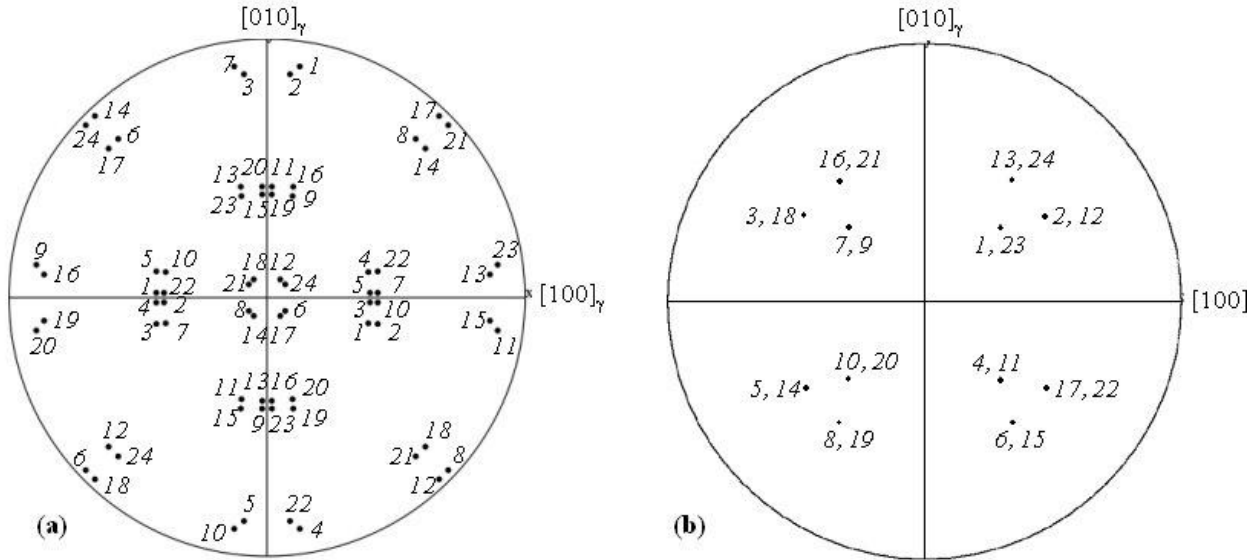


Figure I-14 : Figure de pôles $\{100\}_\alpha$ (a) et plans d'habitat $\{557\}_\gamma$ (b) des 24 variants de phase fille, dans le repère de l'austénite mère, d'après [J15].

1.2.2. Modélisation de l'auto-accommodation entre variants

La modélisation micromécanique que nous avons choisie pour représenter l'auto-accommodation s'appuie sur la résolution d'un problème d'Eshelby avec trois inclusions : l'austénite mère, le variant de référence (noté 1) et un deuxième variant, V_n ($n = 1$ à 24). Etant donnée la forte imbrication entre les deux familles de groupes de lattes et l'austénite non encore transformée au sein d'un paquet de bainite en formation, un schéma auto-cohérent a été adopté. Chaque inclusion est caractérisée par son tenseur d'Eshelby, sa déformation « libre de contraintes », sa fraction volumique et son comportement mécanique (Table I-1). Faute de données expérimentales disponibles, le comportement élastique a été pris isotrope et identique dans toutes les phases, les deux variants de phase fille ont été considérés comme élastiques [Harste et coll. 1992] et une loi élasto-viscoplastique a été choisie pour l'austénite, par extrapolation de données obtenues à plus haute température, pour une vitesse de déformation arbitrairement fixée à 10 s^{-1} et en supposant une surface de charge décrite par le critère de von Mises ([Gautier et coll. 1994]).

Afin de mener les calculs en petites déformations, on a remplacé les tenseurs $\mathbf{F}_i$ donnés par la PTMC pour les variants i par un tenseur $\mathbf{f}_i$ calculé de la manière suivante :

$$\mathbf{f}_i = a \cdot \left(\mathbf{I} - \frac{1}{2} (\mathbf{F}_i + \mathbf{F}_i^T) \right). \quad (\text{I-6})$$

Le facteur d'amplification $a = 0,1$ permet de limiter le niveau des déformations et donc des contraintes obtenues.

Table I-1 : Eléments du modèle micromécanique d'auto-accommodation entre variants

Phase	Géométrie	Fraction volumique	Déformation « libre de contraintes »	Comportement mécanique
austénite mère	sphérique	90%	déformation viscoplastique	élasto-viscoplastique écrouissable
variant V_1	ellipsoïdes aplatis, parallèles à leurs plans d'habitat respectifs, rapport de forme 1/20	0 à 10%	$\mathbf{f}_1$ d'après la PTMC pour ce variant	élastique linéaire
variant V_n		0 à 10%	$\mathbf{f}_n$ d'après la PTMC pour ce variant	élastique linéaire

Une méthode itérative a été utilisée pour équilibrer le système, en l'absence de tout chargement mécanique appliqué, en augmentant progressivement la déformation viscoplastique de l'austénite (suivant la normale courante à la surface de charge), jusqu'à ce que la contrainte et la déformation de l'austénite se correspondent par la loi de comportement de celle-ci.

Du fait du comportement exclusivement élastique de la phase fille, le niveau de contrainte dans les deux inclusions V_1 et V_n est très élevé, l'énergie élastique stockée est colossale et ne dépend quasiment pas du choix de V_n . Ce point reste évidemment à améliorer. On a donc choisi de raisonner sur la contrainte équivalente dans l'austénite, puisqu'une déformation plastique de l'austénite peut éventuellement gêner la transformation de celle-ci en bainite [Bhadeshia 1992].

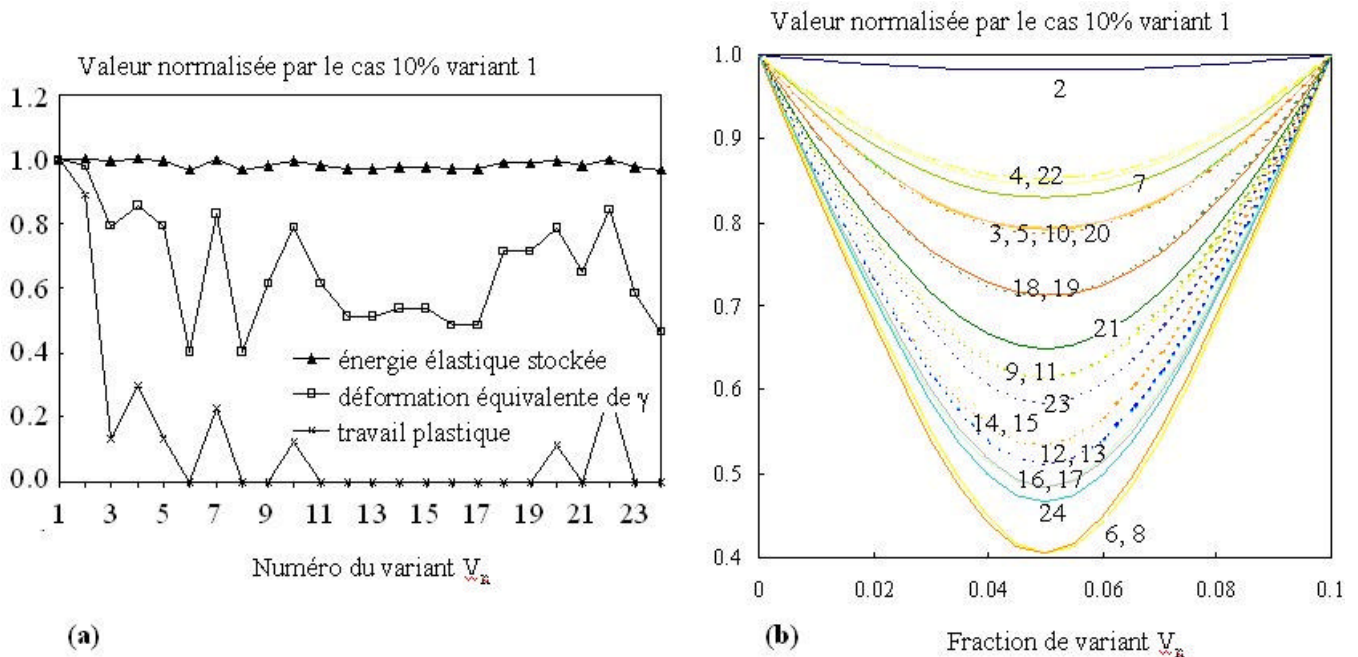


Figure I-15 : Résultats du modèle micromécanique (a) pour 5% de chaque variant V_1 et V_n , en fonction du choix de V_n (d'après [C10]) et (b) contrainte équivalente dans l'austénite, pour 10% d'austénite transformée, en fonction de la fraction de variant V_n . Les courbes sont repérées par l'identité du variant n .

Par comparaison avec les observations expérimentales et pour la PTMC choisie ici, on peut faire les remarques suivantes :

- les « meilleures » accommodations sont rencontrées pour $n = 6, 8$ et 24 , correspondant à des désorientations entre variants de 52 à 55° fréquemment rencontrées à l'intérieur des paquets de martensite, notamment pour le variant 24 dont le plan d'habitat est proche (environ 16°) de celui du variant 1 (Figure I-14b) ;
- le variant en relation de quasi-macle, à savoir V_{23} (même habitat, à $5,6^\circ$ d'une désorientation de macle par rapport à V_1) présente également une très bonne auto-accommodation avec V_1 , ce que l'on retrouve classiquement dans la martensite en lattes ;
- les variants correspondant aux paquets de bainite supérieure ($3, 10, 15$) ne montrent qu'une auto-accommodation limitée avec V_1 ;
- les variants correspondant aux désorientations « interdites » entre voisins ($4, 22$) sont encore moins auto-accommodants.

Les résultats du modèle sont donc cohérents avec les observations expérimentales. La microtexture de la martensite apporte une auto-accommodation efficace, celle de la bainite supérieure est moins satisfaisante de ce point de vue (mais la température de transformation est plus élevée, d'où à la fois une germination moins facile et une déformation de l'austénite plus facile que lors d'une transformation martensitique). De plus, ce ne sont pas deux familles de variants mais souvent trois qui sont observées expérimentalement, ce que la version actuelle du modèle ne représente pas. Dans le cas de la martensite en lattes, l'hypothèse de « désordre parfait » entre les trois phases (l'austénite et les deux variants de phase fille) est, de plus, discutable dans la mesure où l'austénite n'est pas aussi intimement mêlée aux variants de martensite que ceux-ci le sont entre eux au sein d'un paquet de lattes.

I.2.3. Evolution de la modélisation

Mise en veille depuis début 2003, l'étude de l'auto-accommodation a repris depuis début 2006 (thèse de S. Lubin) avec pour objectif d'améliorer nettement notre modélisation simpliste. Parmi les travaux de cette thèse figurent, entre autres :

- des tests de robustesse du modèle actuel vis-à-vis des systèmes de cisaillement et du plan d'habitat choisis pour appliquer la PTMC : dans la mesure où la déformation macroscopique n'est pas validée expérimentalement, il est indispensable d'en étudier la sensibilité aux paramètres d'entrée du modèle ;
- une amélioration des lois de comportement mécanique, en particulier pour les variants de phase fille, via des essais de torsion à chaud ; il sera certainement nécessaire de modifier cette partie du modèle en introduisant une déformation viscoplastique pour chaque variant ;
- éventuellement, des tests avec plus de deux variants de phase fille, en gardant un nombre de calculs raisonnables vis-à-vis de la combinatoire ;
- à plus long terme, l'utilisation de calculs de structure via une méthode proche de celle des champs de phase, en collaboration avec S. Forest (Centre des Matériaux) qui co-dirige sur ce sujet la thèse de Kaïs Ammar avec B. Appolaire (LSG2M, INPL).

I.3. Extension à d'autres transformations de phase

L'utilisation de l'EBSd comme outil d'investigation des microtextures après transformation de phase a été étendue à d'autres matériaux ; nous en donnons ici deux exemples. Le premier concerne les aciers inoxydables, pour lesquels les transformations de phase se produisent ici à beaucoup plus haute température. Le deuxième, plus récent, concerne un alliage de titane.

I.3.1. Transformations de phase au refroidissement dans les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, puis hypereutectés depuis une température élevée, présentent de gros grains de ferrite δ issus de la solidification. A l'intérieur de ces grains δ se développent des colonies d'austénite γ plus ou moins grossière. Nous nous sommes intéressés à la microtexture des colonies d'austénite d'un acier 0,03C-21,7Cr-9,6Ni-2,6Mo-0,8Mn-0,9Si-0,06N contenant environ 30% de

ferrite [CL6]. L'austénite se présente localement sous la forme de feuillets clairement mis en évidence par dissolution sélective (Figure I-16a). Austénite et ferrite forment d'ailleurs chacune une structure continue : elles sont bipercolées. Sur la micrographie de la Figure I-16b, on remarque que la plupart des joints de grains de ferrite sont recouverts d'un liseré d'austénite mais que certaines colonies « traversent » le joint de grains de ferrite.

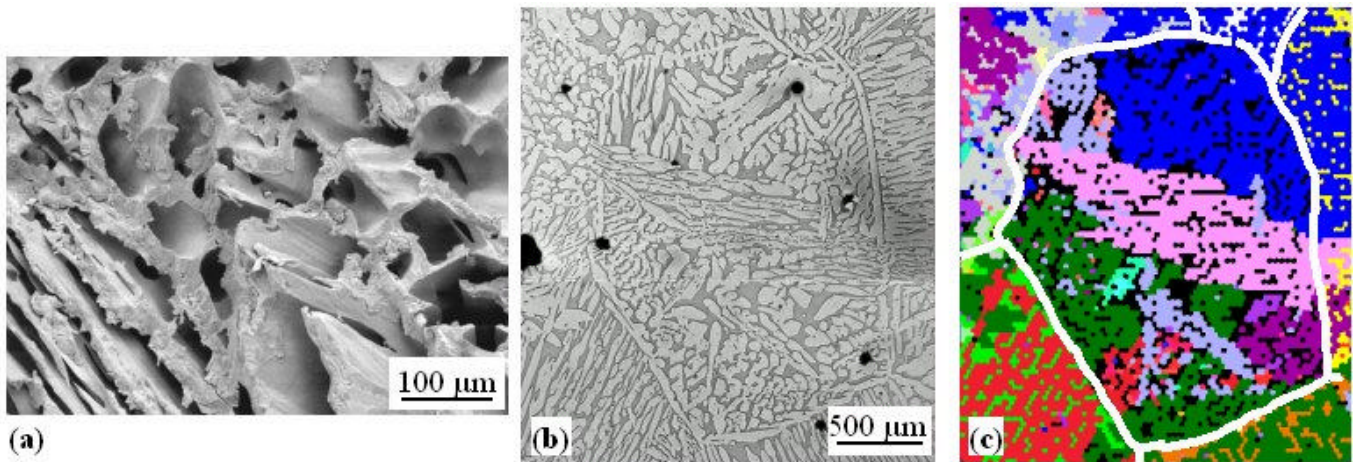


Figure I-16 : Microstructure après dissolution sélective de l'austénite (a) et micrographie en coupe après attaque de Murakami (b) (ferrite en gris foncé, austénite en gris clair) d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé, d'après la thèse de V. Calonne (2001) et [CL6] ; (c) cartographie EBSD correspondante (d'après [J13]).

La microtexture d'un grain de ferrite montre trois composantes de texture de l'austénite, regroupées selon les zones de Bain autour de la ferrite δ . La relation d'orientation entre les deux phases est proche de celle de Kurdjumov-Sachs. Lorsqu'une colonie d'austénite s'étend des deux côtés d'un joint de grains δ , elle est en relation d'orientation avec chacun des deux grains δ adjacents (Figure I-17), quoique la relation soit généralement bien mieux suivie d'un côté du joint de grains δ que de l'autre (typiquement à quelques degrés près d'un côté et à 15-20° près de l'autre). Ce phénomène est assez fréquent dans l'acier étudié ; il est peut-être dû à la forte texture de fibre $\langle 100 \rangle_\delta$ de solidification. La même chose se retrouve cependant dans la zone équiaxe, où la texture de la ferrite est aléatoire. On retrouve d'ailleurs un phénomène analogue dans les microstructures bainitiques de la section précédente, certains paquets de bainite se développant de part et d'autre d'un joint de grains de l'austénite.

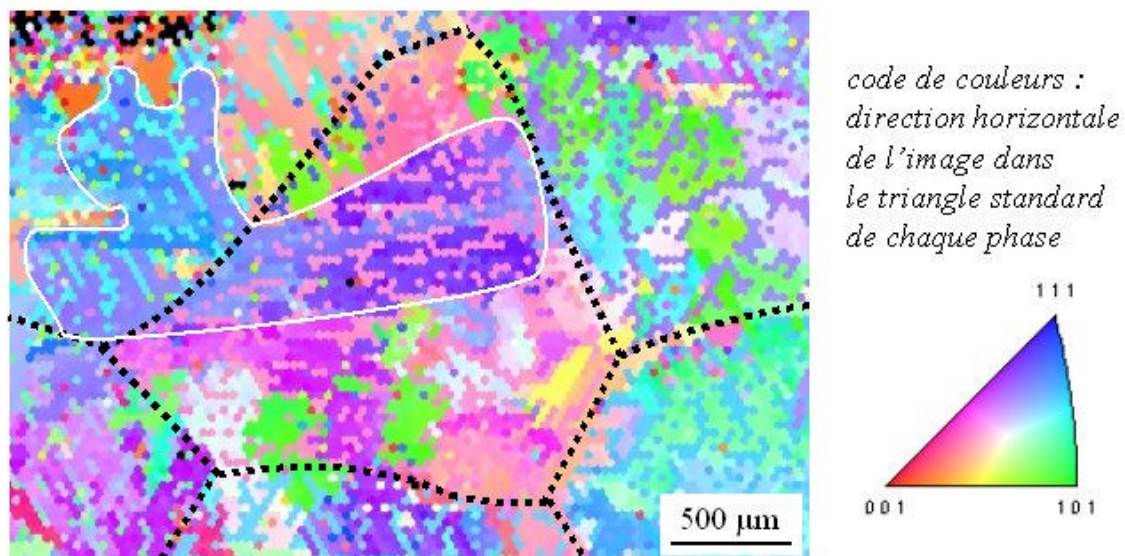


Figure I-17 : Cartographie EBSD d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé. La colonie d'austénite entourée en blanc est en relation d'orientation proche de celles de Kurdjumov-Sachs et Nishiyama-Wassermann (entre 2,5 et 3,5°) avec chacun des deux grains de ferrite adjacents. Certains joints de grains de ferrite sont repérés par des pointillés noirs. D'après la thèse de Virginie Calonne (2001).

Contrairement aux paquets de bainite supérieure, les colonies d'austénite ne sont pas nécessairement formées de plusieurs variants. Bien que l'austénite se présente localement sous forme de feuillets, il n'est pas possible d'estimer les indices cristallographiques des plans de ces feuillets, du fait des interfaces sinueuses entre ferrite et austénite. La température de transformation est très élevée ($>1000^{\circ}\text{C}$), ce qui favorise la croissance diffusionnelle de l'austénite et pourrait rendre sinueuses des interfaces initialement planes.

Il est bien établi [Brooks et Thompson 1991] qu'en conditions de solidification rapide, la microstructure, voire le mode de solidification des aciers inoxydables peuvent être profondément modifiés. Afin d'en étudier les conséquences sur la microtexture de ces aciers, nous avons étudié des échantillons du même acier que précédemment mais trempés au cours d'une solidification dirigée (thèse de V. Calonne). On accède ainsi à deux types de microstructures : la microstructure brute de solidification péritectique lente (dans la zone de l'échantillon trempée après solidification) et la microstructure d'un liquide trempé de même composition chimique moyenne. Dans le premier cas, l'austénite péritectique semble se former avec une relation d'orientation proche de celle de Kurdjumov-Sachs avec les dendrites δ qui lui servent de substrat (Figure I-18a). Dans le deuxième cas, l'austénite apparaît vraisemblablement sous forme de plaquettes, toujours en relation d'orientation proche de K-S avec la ferrite δ , avec une morphologie rappelant celles de la bainite ou de la martensite, du moins en coupe 2D (Figure I-18b).

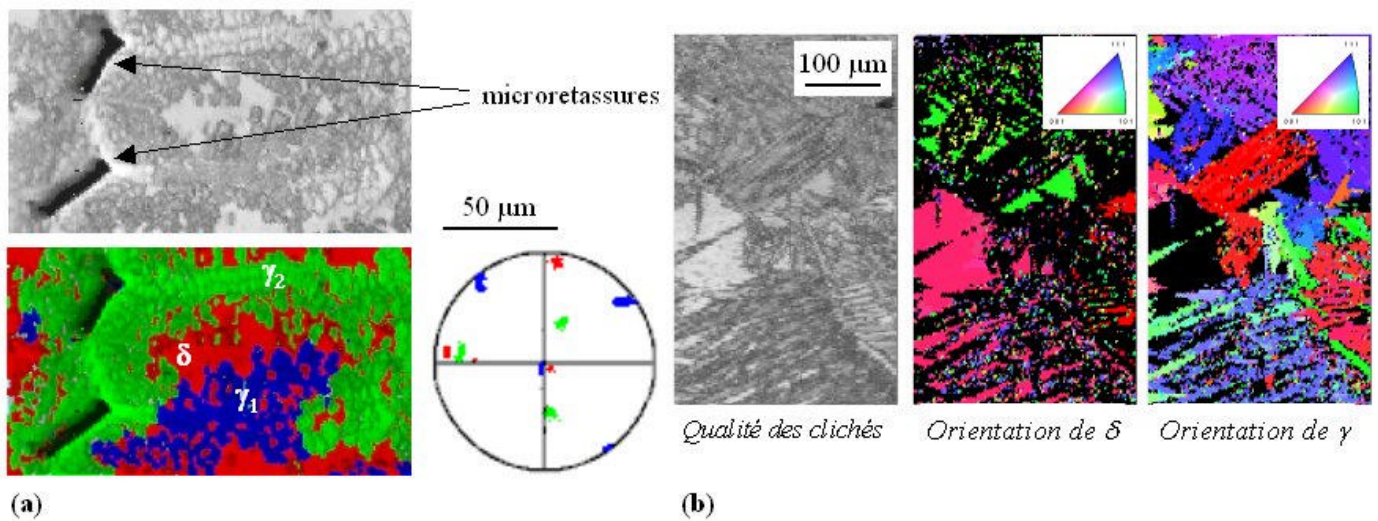


Figure I-18 : Echantillon d'acier inoxydable austéno-ferritique obtenu par trempe en cours de solidification dirigée. (a) zone péritectique trempée après solidification : austénite péritectique en relation d'orientation proche de K-S avec les bras secondaires de dendrites de ferrite (indice de qualité d'image, cartographie et figure de pôles $\{100\}$); (b) liquide trempé : aiguilles (ou plaquettes) d'austénite en relation d'orientation avec la ferrite, rappelant une morphologie de bainite ou de martensite en plaquettes (indice de qualité d'image, cartographies représentant l'orientation de la direction verticale dans le triangle standard de la ferrite δ et de l'austénite γ). D'après la thèse de Virginie Calonne (2001).

Lorsque l'on examine le métal fondu d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique de type 316 obtenu par soudage manuel à l'arc, on trouve de la ferrite δ dite « squelettique » dans une austénite de morphologie dendritique (Figure I-19a). L'épaisseur de cette ferrite étant très faible (inférieure à $1\ \mu\text{m}$), nous avons exploré la texture de ce matériau à plusieurs échelles [J5]. La diffraction des neutrons, bien adaptée aux microstructures grossières et aux faibles fractions de phases, a révélé une fibre $\langle 100 \rangle$ (avec quelques renforcements) pour chacune des deux phases δ et γ . Les figures de pôles de δ et de γ étant très proches, deux hypothèses pouvaient alors être émises :

- soit la relation d'orientation entre δ et γ est de type Kurdjumov-Sachs (ou plus généralement dans la zone de Bain), avec une très forte sélection de variants en faveur de la zone de Bain de la fibre (mais les deux fibres auraient alors dû être désorientées d'une dizaine de degrés l'une par rapport à l'autre), voire absente, ce qui n'est pas le cas,
- soit la relation d'orientation entre les deux phases est différente (par exemple cube-cube).

L'étude locale des relations d'orientation entre ferrite et austénite par EBSD au MEB-FEG, en mode manuel étant donnée la finesse de la ferrite, et par MET sur lames minces, montre que la relation d'orientation entre

les deux phases est souvent éloignée de la zone de Bain (Figure I-19b). La plupart de ces relations d'orientation locales sont à moins de 10° d'une relation cube-cube, à part quelques régions, souvent aux joints de grains γ de forte désorientation, pour lesquelles la ferrite est en relation proche de Kurdjumov-Sachs ou Nishiyama-Wassermann par rapport à un seul des deux grains austénitiques adjacents. Il est donc possible que les deux phases se soient solidifiées en relation d'orientation de type cube-cube, donc en même temps, cette relation d'orientation pouvant être ensuite perturbée par les contraintes et les déformations plastiques engendrées par l'incompatibilité de contraction thermique entre les deux phases lors du refroidissement du joint soudé, comme en témoigne la densité non négligeable de dislocations observée au MET dans l'austénite [J5]. Ce type de comportement a également été caractérisé par EBSD après solidification d'un acier inoxydable 11Cr-9Ni en conditions de soudage TIG [Inoue et coll. 2000].

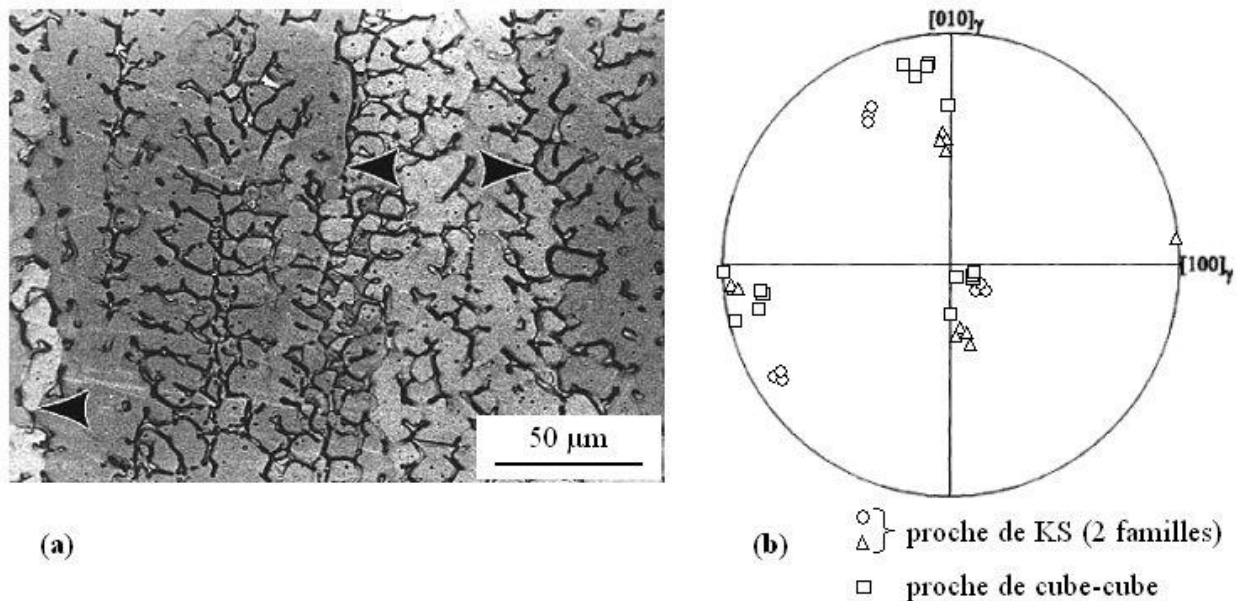


Figure I-19 : Microstructure d'un acier inoxydable de type AISI 316 déposée par soudage manuel à l'arc ; (a) image MEB en électrons rétrodiffusés ; (b) relations d'orientation mesurées par EBSD et reportées sur une figure de pôles $\{100\}$ dans le repère de l'austénite. La relation d'orientation entre ferrite et austénite est souvent très éloignée des zones de Bain. D'après [J5].

1.3.2. Composites à matrice en alliage de titane renforcée par des fibres SiC (J24)

Parmi diverses études sur des alliages base titane, nous donnons ici l'exemple de composites filamenteux de matrice Ti6242S (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si) renforcée par des fibres SiC de type SCS-6, obtenues par dépôt chimique en phase vapeur sur une âme de carbone et revêtues d'une couche riche en carbone. Les monofilaments de composite sont produits par défilement rapide de la fibre dans le métal liquide en lévitation, suivi d'un refroidissement rapide. Les filaments obtenus (diamètre d'environ 500 μm pour un diamètre de fibre de 140 μm) permettent de fabriquer des composites à matrice titane à moindre coût par rapport aux procédés conventionnels. Leur géométrie fine et irrégulière ne permet cependant pas une caractérisation aisée et un matériau simulé a été élaboré par refroidissement rapide d'un mélange de poudre de carbone et d'alliage Ti6242S fondu puis refroidi par splat cooling. Les deux types de matériaux (monofilament et matériau synthétique) ont été caractérisés par différentes techniques (au Centre des Matériaux, par EBSD), à l'état brut et après un traitement thermique aux alentours de 950°C. Nous nous sommes intéressés à la matrice métallique et aux produits de réaction entre le carbone (de la poudre ou de la fibre) et le métal [J24].

A l'état brut d'élaboration, la matrice est constituée de très fines aiguilles (ou plaquettes) de phase α (hexagonale) séparées par des films très fins de phase β (cubique centrée) (Figure I-20a). L'exploitation des clichés EBSD de la phase β est difficile mais révèle une taille de grains β élevée (supérieure à 100 μm) et une relation d'orientation entre α et β proche de celle de Burgers (à 1,5 à 3° près). Ces résultats ont été confirmés par des mesures de désorientation entre phases α voisines. La répartition des éléments substitutionnels est homogène à l'échelle de la microanalyse X (μm^3). L'analyse par EBSD des traces

rectilignes d'interfaces entre phases suggère un habitat proche de $\{334\}_\beta$ ou $\{344\}_\beta$, indiqués dans la littérature pour une transformation martensitique (Figure I-20b). Ces différents éléments suggèrent un mécanisme de transformation de type martensitique pour la transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Notons cependant que les teneurs locales en éléments interstitiels n'ont pas été évaluées.

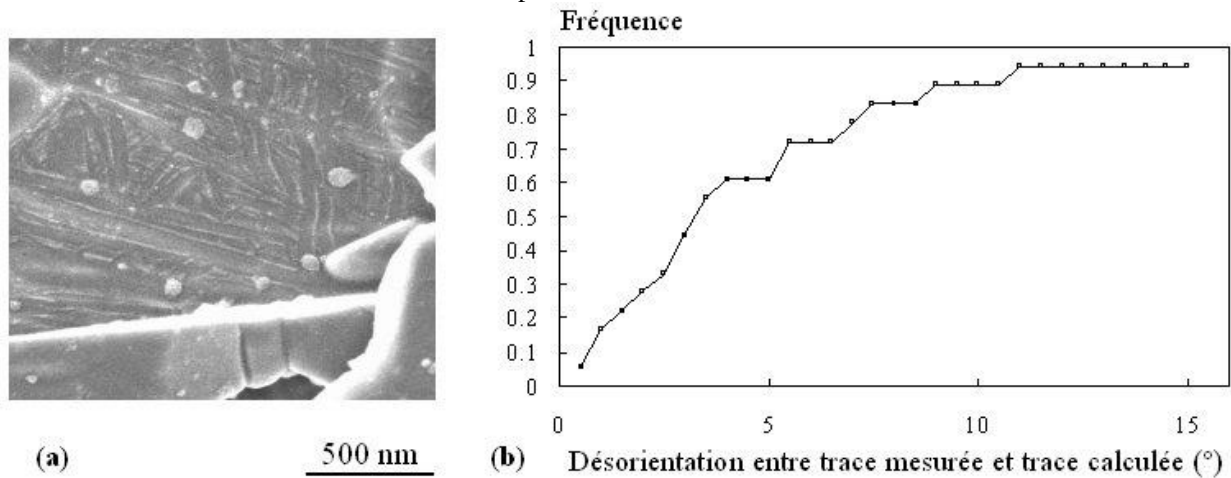


Figure I-20 : Micrographie MEB en électrons secondaires (a) et distributions de la désorientation évaluée par EBSD entre traces expérimentales et traces de $\{334\}_\beta$ ou $\{344\}_\beta$ (b) sur un composite monofilamentaire brut d'élaboration. D'après [J24].

Après le traitement thermique, la microstructure est plus grossière, les éléments en substitution se sont répartis entre les entités α (enrichies en Al) et les films de β retenue (enrichis en Mo). La relation d'orientation entre α et β (déterminée ici uniquement à partir de la phase α , avec la même méthode graphique que celle utilisée précédemment pour la bainite supérieure) reste proche de celle de Burgers. La matrice du matériau simulé est analogue à celle des monofilaments.

L'interface entre fibre et matrice est enrichie en carbone. A l'état brut d'élaboration, elle comporte de nombreux carbures de petite taille (100 à 200 nm) ainsi qu'un film de carbures à l'interface fibre-matrice, de structure cubique à faces centrées (Figure I-21) : ce sont des carbures de titane TiC_{1-x} de structure NaCl. Les carbures sont séparés par des joints de forte désorientation et ne présentent pas de texture particulière par rapport à la fibre ou à la matrice, conformément à la littérature dès lors qu'un film TiC_{1-x} sépare le SiC de la matrice [Pei et coll. 2002]. Les autres particules, de type Ti_5Si_3 (le silicium provenant ici de la matrice), sont trop fines pour être analysées au MEB et leur étude relève du MET [Duda 2004]. Dans le matériau simulé, le même type de carbures a été observé avec une relation d'orientation $\{111\}_{\text{carbure}} // \{0001\}_\alpha$ et $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\text{carbure}} // \langle 2\bar{1}10 \rangle_\alpha$. Le traitement thermique remet les carbures en solution partout sauf à l'interface fibre/matrice des monofilaments, conformément au diagramme d'équilibre Ti-C.

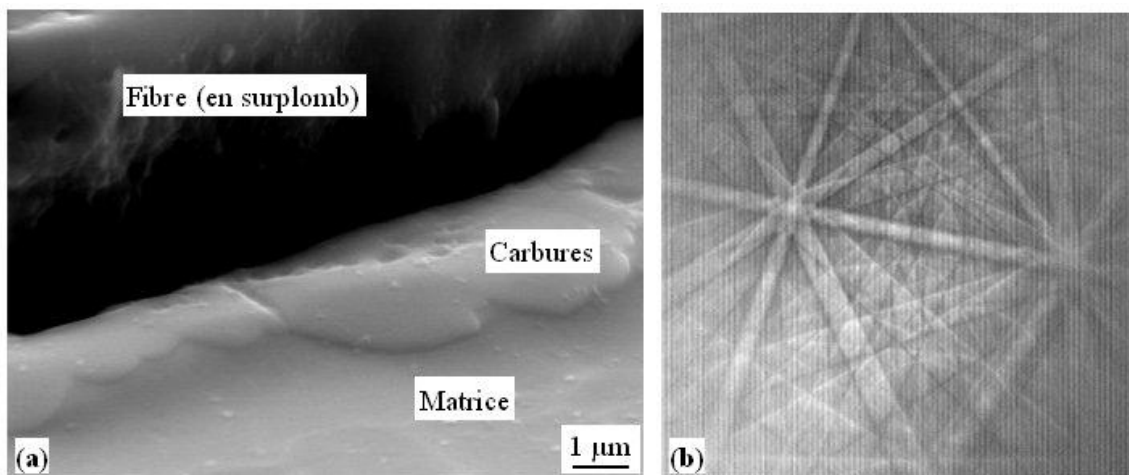


Figure I-21 : (a) image de carbures analysés à l'interface fibre/matrice d'un monofilament (inclinaison de 70° pour l'analyse EBSD) ; (b) cliché EBSD de l'un des carbures. Résultats obtenus dans le cadre de la thèse de Carine Duda (2004).

Dans ce type d'étude, difficile à réaliser par MET du fait de la géométrie des monofilaments et de l'hétérogénéité de dureté entre fibre et matrice, le MEB FEG associé à l'EBSA et à la microanalyse X ont permis une caractérisation satisfaisante (quoique non complète) des produits de transformations de phase dans la matrice et à l'interface entre matrice et renfort.

I.4. Caractérisation des produits de transformations de phase : bilan et perspectives

La caractérisation par EBSA des produits de transformation de phase s'est significativement développée depuis la fin des années 1990 dans un grand nombre de laboratoires. Ce premier chapitre synthétise notre contribution à ces développements. Plusieurs pistes sont actuellement explorées pour approfondir et élargir cette activité.

Dans les aciers bas carbone, point de départ de nos études et pour lesquels la microtexture de transformation est à présent bien connue, du moins en 2D (sur coupes métallographiques), l'effort porte sur l'amélioration des modèles micromécaniques de sélection de variants par des travaux à la fois expérimentaux (données d'entrée sur les lois d'écoulement des phases, voire microtexture en 3D dans la mesure des moyens disponibles) et numériques (tests de robustesse des modèles, stratégie de modélisation, éventuellement calcul de structure) : c'est l'objet de la thèse de S. Lubin.

L'ouverture à d'autres familles de matériaux, amorcée avec les composites à matrice métallique en alliage de titane, se poursuit à la fois par une connaissance de l'état de l'art sur l'application de l'EBSA à l'étude des transformations de phase [J25] et par un appui, technique et scientifique, aux études en cours dans le laboratoire, y compris pour les matériaux céramiques. A titre d'exemple nous avons développé les outils de dépouillement utilisés par A. Poulon-Quintin [2002] pour étudier les relations d'orientation entre alumine et zircon dans des fibres eutectiques et nous explorons actuellement les relations d'orientation entre variants de zircon monoclinique formés dans des briques réfractaires à très haute teneur en zircon utilisées dans les fours verriers [Madi 2006].

Les propriétés d'usage de la plupart des matériaux que nous étudions sont gouvernées non seulement par la microstructure à l'échelle « micrométrique » telle que nous l'avons caractérisée dans ce chapitre, mais aussi par des produits de transformations de phase bien plus fins tels que de tous petits précipités ou le produit de décompositions monotectoïdes ou eutectoïdes très rapides. Afin d'explorer ces éléments de la microstructure, nous commençons à utiliser des méthodes de caractérisation de distribution de précipités en fonction de différents traitements thermiques, dans des alliages dont les propriétés mécaniques peuvent être contrôlées par des transformations de phase à très fine échelle. Nous nous sommes orientés vers la diffusion de rayonnements aux petits angles (photons X ou neutrons) :

- d'abord dans les alliages Zn-Al-Mg pour revêtements, qui subissent une décomposition monotectoïde de la phase métastable de trempe en Zn et Al presque purs. Nous avons utilisé ici la diffusion des rayons X aux petits angles sur la ligne de lumière D2AM de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) à Grenoble (collaboration A. Deschamps, F.Bley, SIMAP/INPG et A. Roemer, Z. Zermout, OCAS/Arceor à la suite du projet de fin d'études de Baptiste Wattiez),
- puis, dans le cadre de la thèse d'Alexandre Dalloz, dans des aciers dual-phase de laboratoire ayant subi différents traitements thermiques visant à modifier la martensite. Nous avons utilisé ici la diffusion des neutrons (collaboration M.-H. Mathon, Laboratoire Léon Brillouin, Saclay).

Dans les deux cas, l'objectif est d'améliorer, par une modification structurale à très fine échelle, la ductilité du matériau lors de la mise en forme de la pièce.

CHAPITRE II : TRANSFORMATIONS DE PHASE, EVOLUTIONS STRUCTURALES ET PLASTICITE/VISCOPLASTICITE

La plupart de nos études sur les transformations de phase ont pour finalité la prédiction de l'amélioration de la tenue en service du matériau. Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'écoulement plastique ou viscoplastique dans différentes conditions de chargement mécanique, tandis que le chapitre suivant abordera l'endommagement et la rupture. Dans ces deux chapitres, on s'intéressera non seulement aux transformations de phase « endogènes » (liées à l'évolution intrinsèque du matériau) mais aussi aux modifications structurales « exogènes » liées aux interactions entre le matériau et son environnement chimique, qui forment le point de départ de mes travaux de recherche.

II.1. Effet de modifications structurales de surface sur l'écoulement viscoplastique

L'effet de l'environnement sur le comportement en fluage des alliages métalliques est bien connu dans les laitons (dézincification et accélération du fluage par effet Rehbinder [Rehbinder 1947, Revie et Uhlig 1974]) et dans le nickel et ses alliages [Shahinian et Achter 1959 a et b, Stegman et coll. 1969], ainsi que dans l'Alliage 600 à haute température (816°C) [Douglas 1959, Huntz et coll. 1988]. Comme le nickel et ses alliages sont par ailleurs sensibles à la fissuration aux alentours de 550 à 700°C, nous avons caractérisé l'effet de l'environnement sur le comportement en fluage d'un alliage industriel « simple » (sans phase durcissante telle que γ' ou γ'' rencontrées dans les superalliages), l'Alliage 600 (Table II-1), utilisé entre autres dans les réacteurs nucléaires de type REP. Ce matériau étant beaucoup moins résistant au fluage que les superalliages, la température d'essai a été ramenée à 550°C (contre 650°C couramment utilisée pour les superalliages). Le même type d'essais a également été mené avec un alliage Ni-20Cr (Table II-1) à différentes températures et en particulier à 500°C.

Les essais de fluage ont été menés sur éprouvettes minces (feuillards d'épaisseur 200 μm) d'un matériau remis en solution et recristallisé. La quasi-absence de dislocations et de carbures de chrome a été vérifiée à l'état initial par MET. On a également vérifié qu'au cours des essais de fluage, le matériau ne subissait ni grossissement du grain, ni précipitation de carbures. Afin de ne caractériser que le comportement en fluage secondaire, les essais ont été conduits par petits sauts de charge successifs, d'abord croissants, puis décroissants. Dans ces conditions, il n'y a quasiment pas de fluage primaire et la courbe de fluage à la décharge (paliers de niveaux décroissants) est identique à la courbe de fluage à la charge (paliers de niveaux croissants). Deux environnements ont été utilisés : l'air du laboratoire et le vide secondaire (pression totale de 10^{-2} Pa).

Table II-1 : Composition chimique pondérale (%) des feuillards base nickel utilisés pour étudier l'effet d'environnement sur le comportement en fluage.

Matériau	Epaisseur	Taille de grains	Ni	Cr	Fe	Mn	Al	Ti	C	Si
Alliage 600	200 μm	10 μm	base	15,9	9,5	0,9	0,2	0,2	0,02	-
Ni-20Cr	200 μm	40 μm	base	19,3	-	-	-	-	0,05	0,08

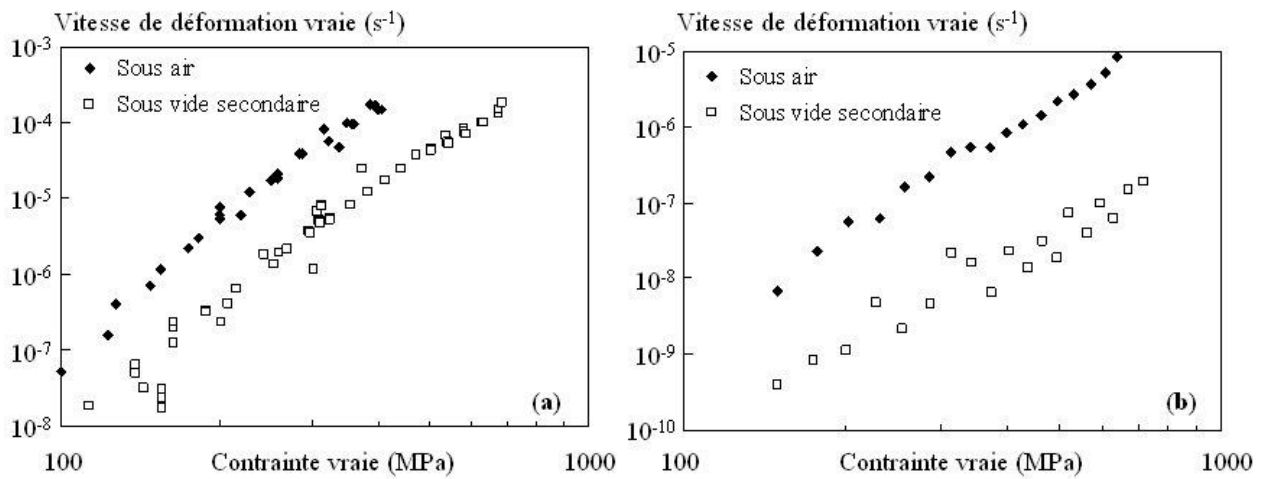


Figure II-1 : Courbes expérimentales de fluage obtenues sous air et sous vide secondaire sur (a) l'Alliage 600 à 550°C et (b) l'Alliage Ni-20Cr à 500°C. D'après [CL3] et [J9].

Un effet d'environnement marqué est constaté, quelle que soit la vitesse de déformation secondaire, pour les deux matériaux (Figure II-1). Les courbes obtenues sous vide sont conformes aux données de la littérature obtenues sous vide ($6,5 \cdot 10^{-4}$ Pa) [Shahinian et Achter 1959b]. L'accélération du fluage sous air se traduit par une déformation homogène dans l'éprouvette, preuve que le matériau est affecté sur une profondeur d'au moins 100 μm (une demi-épaisseur par surface libre). Dans tous les cas, un endommagement intergranulaire homogène est révélé en fin d'essai (Figure II-2a), dont la morphologie dépend du niveau de contrainte appliqué et donc de l'environnement. L'absence d'effet d'histoire même après plusieurs jours de fluage à 550°C suggère qu'aucune perte d'éléments interstitiels n'est en cause. Aucune modification de composition en éléments substitutionnels n'a été mise en évidence par analyse quantitative à la microsonde de Castaing (spectrométrie à dispersion de longueur d'onde). La couche d'oxydes formée lors du fluage sous air est nettement plus épaisse (200 nm) que celle formée lors du fluage sous vide secondaire. Dans les deux conditions, l'oxyde adhère au substrat. Sous air, une oxydation interne est révélée à 500 et 600°C dans l'alliage Ni-20Cr tandis que dans l'Alliage 600 testé à 550°C, l'oxydation interne n'apparaît que sur les lèvres des fissures amorcées en surface, à l'arrière de la pointe de ces fissures. L'oxyde formé sous air est riche en fer pour l'Alliage 600 (Figure II-2b) et essentiellement composé de NiO pour l'alliage Ni-20Cr. L'épaisseur d'oxyde est par ailleurs insuffisante pour expliquer l'accélération du fluage par réduction de la section portante du substrat.

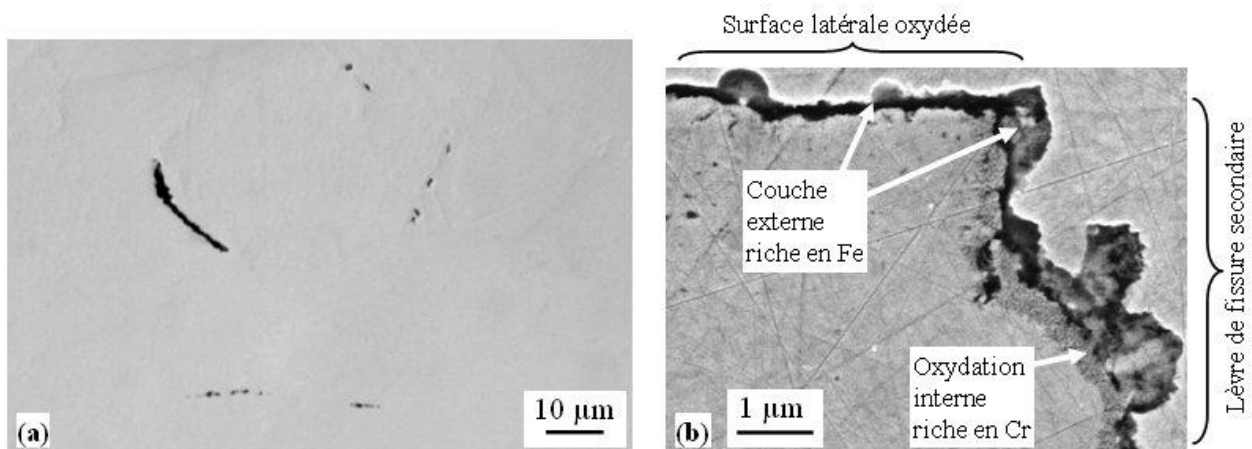


Figure II-2 : Vue en coupe de l'endommagement en fin d'essai (a) et de l'oxydation (b) après fluage de l'Alliage 600, (a) sous vide et (b) sous air à 550°C. D'après [J12]. La direction de traction est horizontale.

Ces différents éléments plaident en faveur de la modification structurale du matériau par injection accélérée de lacunes, lors de la croissance cationique de la couche d'oxydes sous air [J2]. Ces lacunes favoriseraient la montée des dislocations et donc la déformation de fluage par ce mécanisme (qui est cohérent avec les exposants de Norton de 4 à 5 d'après les courbes de la Figure II-1). Ce type de modification structurale n'intervient pas à plus haute température dans l'alliage Ni-20Cr, la couche d'oxydation interne (à 600°C) ou d'oxyde de chrome (à partir de 700°C) constituant probablement un piège suffisant pour les lacunes injectées dans le métal lors de l'oxydation sous air. Aucun effet d'environnement n'est alors observé sur le comportement en fluage [J9].

II.2. Plasticité et viscoplasticité de transformation

Dans la foulée des études sur le fluage des alliages base nickel, la modification du comportement mécanique induite par une transformation de phase, cette fois-ci « endogène » au matériau, a été étudiée pour deux familles d'alliages : les aciers dits « TRIP » faiblement alliés et les alliages de zirconium en scénario accidentel.

II.2.1. Aciers à plasticité induite par la transformation (effet TRIP) (J6, P14, P15)

Lorsque l'on parvient à stabiliser dans un acier tout ou partie de l'austénite vis-à-vis de la température, mais pas nécessairement vis-à-vis d'un chargement mécanique, la transformation de l'austénite en martensite peut se produire au cours d'une sollicitation imposée au matériau lors de sa mise en œuvre (formage) ou en service (pour les pièces automobiles, lors d'un accident potentiel). Deux effets de cette transformation de phase sur le comportement mécanique sont alors mis en jeu :

- Une « plasticité de transformation » (effet TRIP), c'est-à-dire une déformation irréversible apportée par la transformation de phase elle-même (changement de volume accompagné ou non d'une déformation liée à la sélection de variants) ; l'effet obtenu est un adoucissement du matériau.
- Le remplacement progressif de l'austénite par la martensite, plus dure, ce qui induit un durcissement global.

Dans les aciers dits à effet TRIP, l'effet durcissant progressif est recherché pour optimiser la capacité d'écroutissage et obtenir à la fois une résistance mécanique et une ductilité élevées par une stabilité accrue vis-à-vis de la localisation de la déformation. Il existe des aciers TRIP fortement alliés (à matrice initialement totalement austénitique) et des aciers TRIP faiblement alliés. Nous nous sommes intéressés à cette deuxième famille, qui contient, à l'état recuit, environ 10 à 30% d'austénite retenue. Dans les aciers que nous avons étudiés, les particules d'austénite retenue ont une taille typique de un à quelques micromètres. Elles sont associées à une matrice soit majoritairement ferritique [J18, P15], soit bainitique [P14].

La thèse de Mihai Radu a porté sur le comportement mécanique d'un acier TRIP faiblement allié (0,19C-1,54Mn-1,58Si-0,04Al), d'épaisseur 1,35 mm, avec une matrice majoritairement ferritique. L'objectif était d'obtenir un modèle de comportement mécanique simple, validé expérimentalement et utilisable pour dimensionner des pièces automobiles à l'emboutissage. Le comportement de l'acier a été caractérisé pour diverses conditions de sollicitation (traction simple, traction plane, traction équibiaxiale, cisaillement) à la température ambiante et, en traction simple, dans une gamme de température allant de -50 à +75°C. Les échantillons soumis à différents niveaux de déformation ont ensuite été testés par magnétométrie pour un dosage « statique » de l'austénite dans le volume, minimisant de ce fait les artefacts de préparation. La machine de dosage a également été adaptée à un dosage « dynamique » de l'austénite lors d'essais de traction à la température ambiante. Les résultats des dosages statique et dynamique concordent (Figure II-3a). Une référence à 0% d'austénite (vérifiée par diffraction des neutrons) a été préparée par traitement thermique du même acier à 500°C suivi d'une trempe, assurant la décomposition totale de l'austénite en ferrite et carbures. L'incertitude absolue sur la fraction d'austénite dosée est de l'ordre de $\pm 1\%$. En traction simple, la déstabilisation de l'austénite retenue est facilitée par une température d'essai basse (Figure II-3c).

Elle est particulièrement accélérée lorsque la température est inférieure ou égale à -20°C , alors que la limite d'élasticité de l'acier semble décroître avec la température. Ceci plaide en faveur d'une transition d'un mécanisme SIM (martensite induite par la déformation plastique, qui en facilite la germination) à un mécanisme SAM (transformation martensitique assistée par la contrainte) lorsque l'on abaisse la température d'essai. La cinétique de transformation croît avec le taux de triaxialité des contraintes si l'on prend comme norme la déformation équivalente de von Mises (Figure II-3b). De fait, la limite d'élasticité obtenue expérimentalement est correctement décrite par le critère de von Mises [Radu 2005]. L'ensemble de ces résultats a, depuis, été confirmé sur un autre acier TRIP faiblement allié au silicium (mastère de Sylvain Bertrand). Contrairement à d'autres résultats de la littérature (voir par exemple [Jacques et coll. 2007]), l'austénite est moins stable dans ces deux aciers en expansion équi-biaxée qu'en traction plane.

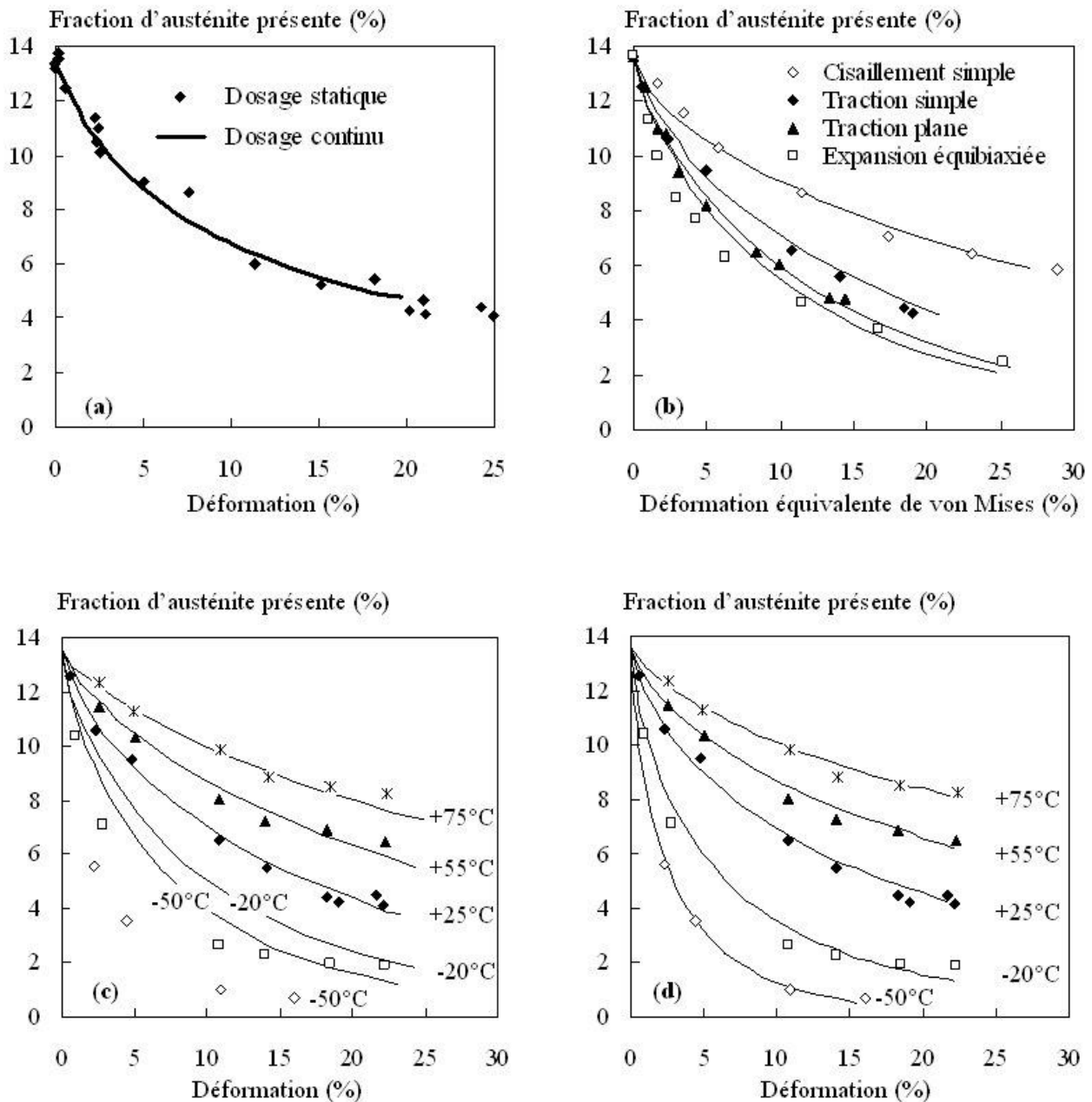


Figure II-3 : Cinétique de déstabilisation de l'austénite dans un acier TRIP faiblement allié au silicium. (a) Accord entre dosage statique et dosage continu (dynamique) de l'austénite en traction simple à 25°C ; (b) effet du type de sollicitation mécanique à 25°C (point = essais, courbes = prédiction du modèle à base thermodynamique) ; (c,d) effet de la température de sollicitation en traction simple à 10^{-3} s^{-1} (points = essais, courbes = prédictions du modèle (c) à base thermodynamique et (d) phénoménologique). D'après [J18] et [P15].

La thèse de Mihai Radu étant dédiée à la modélisation du comportement mécanique, intégrée dans un code de calcul commercial de mise en forme, nous nous sommes tournés vers une description très simple de la transformation de phase, bien moins élaborée que les modèles récemment développés sur des bases micromécaniques [Lani et coll. 2007] qui d'ailleurs visaient à décrire des résultats expérimentaux différents [Jacques et coll. 2007]. Deux modélisations simples de la cinétique de transformation de phase en fonction de la température et du chargement mécanique ont donc été entreprises [J18, P15]. La première est une modélisation thermodynamique, reprise de [Sherif et coll. 2004]. La fraction volumique d'austénite encore présente est décrite par l'équation suivante, qui repose sur le mécanisme SIM :

$$f_\gamma = f_{\gamma_0} \exp \left(- \left[\lambda \Delta G_0^{\gamma \rightarrow \alpha'} (1 - \eta T) (1 + \beta P) \right] \left(\varepsilon_{eq}^p \right)^\nu \right) \quad (\text{II-1})$$

Dans cette équation :

- ε_{eq}^p est la déformation plastique équivalente, au sens de von Mises ;
- $\Delta G_0^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ est l'enthalpie libre de transformation à zéro Kelvin, tirée de la littérature (3750 J/mol) ;
- η traduit l'influence de la température ; sa valeur est prise dans la littérature ($2,53 \cdot 10^{-3}$) ;
- P est une pression hydrostatique « moyenne » sur l'ensemble du chargement mécanique ;
- β traduit la sensibilité de la transformation à la pression hydrostatique.

La valeur de β a été fixée à $\beta \approx \frac{\Delta V^{\gamma \rightarrow \alpha'}}{\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}} \approx 1.48 \cdot 10^{-10} \text{ m}^3/\text{J}$ à la température ambiante. Le modèle comporte deux paramètres ajustables (λ et ν) qui ont été identifiés avec les essais de cisaillement (sans pression hydrostatique) à $\lambda = 2,26 \cdot 10^{-3} \text{ mol/J}$ et $\nu = 0,7$. Les résultats du modèle concordent très bien avec les résultats expérimentaux dans le domaine où l'on attend le mécanisme SIM (Figures II-3b et II-3c). L'accord est en revanche mauvais dans le domaine de température attribué au mécanisme SAM, pour lequel ce modèle n'est pas adapté (Figure II-3c).

Afin d'intégrer les résultats obtenus en traction simple à basse température dans un modèle unifié, une formulation phénoménologique simplifiée a été adoptée [J18] selon l'équation suivante :

$$f_\gamma = f_{\gamma_0} \exp \left(- \frac{f(\tau)}{g(T)} \left(\varepsilon_{eq}^p \right)^\nu \right) \quad (\text{II-2})$$

Ici, $f(t) = A \cdot \tau + B$ est une fonction affine du taux de triaxialité des contraintes, avec deux paramètres ajustables $A = 0,165$ et $B = 0,082$. La fonction $g(T) = C \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right)$ comporte deux paramètres ajustables ($C = 48250$ et $Q = 12500 \text{ J/mol}$). Cette forme de fonction permet de représenter également les courbes obtenues par le mécanisme SAM et par le mécanisme SIM (Figure II-3d), avec le même accord que précédemment pour les différentes conditions de sollicitation mécanique à 20°C.

Une fois la cinétique de transformation de phase bien représentée (au moins pour les trajets de chargement mécanique radiaux), le comportement global de l'acier a été modélisé de la manière suivante :

- On suppose la déformation homogène en moyenne dans toutes les phases (aucune décohésion n'est observée entre les phases, sauf tout près du faciès de rupture, même lorsque les particules sont devenues martensitiques) (hypothèse de Taylor).
- Le comportement mécanique de l'austénite et de l'ensemble « ferrite + bainite » est approché par une loi puissance à partir de données obtenues par diffraction des neutrons ; la martensite est supposée élastique parfaitement plastique (limite d'élasticité 2500 MPa).
- On calcule, alors, pour chaque pas de déformation, la contrainte moyenne par phase ; on actualise ensuite les fractions volumiques d'austénite et de martensite grâce au modèle cinétique phénoménologique avant de passer au pas de déformation suivant.

Cette approche reproduit fidèlement les courbes de traction simple. Elle est suffisamment simple pour être implémentée dans un code de calcul d'emboutissage, ce qui a permis de calculer des emboutis « en croix » [Radu 2005]. La comparaison entre niveaux de déformation expérimentaux et calculés reste cependant délicate car les coefficients de frottement entre cet acier et les outillages, paramètres cruciaux du modèle, ne sont pas connus avec suffisamment de précision.

Suite à la thèse de Mihai Radu, nous avons non seulement validé la procédure de caractérisation sur d'autres nuances d'aciers TRIP faiblement alliés de matrice ferritique (mastère de Sylvain Bertrand), mais également étudié la microstructure de nuances de laboratoire, de matrice bainitique, avec toujours suffisamment de silicium pour limiter la formation de cémentite (mastère d'Imane Bouhaddou) [P14].

Parmi ces nuances, nous avons notamment caractérisé un acier 0,5C-1,5Mn-1,5Si-1,5Cu-0,8Cr, contenant initialement 20% d'austénite retenue. Cette austénite très riche en carbone (1,39% en masse) est distribuée sous forme de films minces (200 à 500 nm de large) entre les lattes de bainite (Figure II-4a) et de particules plus équiaxes et plus grosses. Après une déformation de 10% en traction, seules les particules équiaxes sont transformées. La diffraction des rayons X indique un taux de carbone dans l'austénite quasiment inchangé (1,35% en masse), alors que la moitié de l'austénite a été transformée. La stabilité des particules interlattes par rapport aux particules équiaxes n'est donc pas liée à une différence de teneur en carbone, mais plus probablement à un effet de confinement géométrique ou mécanique. Après rupture, une partie des particules interlattes est cependant transformée, indiquant que ces particules peuvent être déstabilisées pour des déformations très élevées (Figure II-4b).

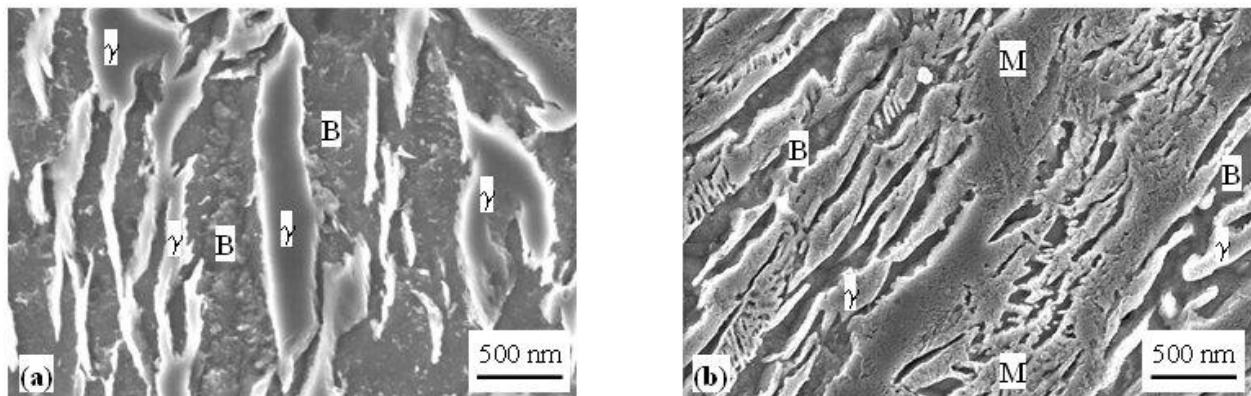


Figure II-4 : Microstructure d'un acier bainitique « sans carbure » à effet TRIP : (a) après 8% de déformation les films interlattes sont restés austénitiques ; (b) à 200 µm du faciès de rupture une partie de ces films a été transformée en martensite. MEB-FEG, électrons secondaires, attaque Villela. γ : austénite ; B: ferrite bainitique ; M: martensite fraîchement transformée. D'après [P14].

A travers ces différentes études, nous avons développé un savoir-faire dans la caractérisation métallurgique et mécanique des aciers à effet TRIP. Le dosage magnétique « statique » a fait l'objet d'expériences croisées entre laboratoires industriels et académiques, sur la quantification de l'austénite retenue. Les résultats sont en cours de publication. Le dosage « dynamique » est en cours d'application sur des aciers inoxydables austénitiques instables (thèse de Stéphanie Nanga, sous la direction d'A. Pineau et de B. Tanguy).

II.2.2. Alliages de zirconium en scénario accidentel

Les alliages de zirconium couramment utilisés comme gainages de combustible nucléaire présentent deux variétés allotropiques en fonction de la température : une phase alpha (α), de structure hexagonale, stable à basse température et en conditions normales de service, ainsi qu'une phase bêta (β), de structure cubique centrée, stable à haute température (typiquement $> 900^{\circ}\text{C}$). La tenue mécanique des gainages des réacteurs REP, première barrière aux produits de fission, est fonction de plusieurs facteurs :

- l'oxydation par l'eau du circuit primaire, qui induit prise d'oxygène, développement d'une importante couche d'oxyde et prise d'hydrogène ;
- l'irradiation qui peut modifier les mécanismes de déformation ;
- la température, normalement inférieure à 360°C mais qui peut atteindre des valeurs bien supérieures en conditions accidentelles.

Parmi les scénarios de validation, l'accident dit de « perte de réfrigérant primaire », ou APRP, simulant une brèche dans le circuit primaire chargé d'extraire la chaleur du réacteur, induit une rapide et forte montée en température (absence d'eau) et en pression (liée aux produits de fission à l'intérieur des gainages). Afin de préserver l'intégrité de l'assemblage combustible, il est indispensable de prévoir, dans ces conditions :

- les risques de déformation excessive, empêchant le refroidissement ultérieur via l'eau des circuits de sécurité qui ne pourrait alors plus circuler entre les gainages ;
- les risques de rupture avec perte de confinement du combustible et des produits de fission.

Le CEA/Saclay possède une installation permettant de simuler (hors irradiation) une rampe de température sous pression interne et en milieu oxydant (dispositif EDGAR). Notre étude vient en appui des essais EDGAR. Elle est focalisée sur l'effet de la température, sans prendre en compte l'irradiation (les défauts d'irradiation étant rapidement neutralisés par restauration dans ce scénario accidentel) ou les effets d'environnement (qui modifient à la fois le comportement mécanique et les points de transformation de phase). Une machine de dilatométrie sous chargement de traction simple, adaptée aux tubes et aux tôles minces, a donc été développée au sein de notre équipe, sous vide secondaire pour éviter la pollution par l'oxygène, l'hydrogène ou l'azote. Plusieurs types d'expériences ont été menés sur deux alliages : le Zircaloy-4 (alliage traditionnellement utilisé pour cette application) et son remplaçant, un alliage Zr-1%NbO.

La première série d'expériences a consisté à déterminer le comportement mécanique des alliages en fluage isotherme, en construisant leurs cartes de mécanismes de déformation (« cartes d'Ashby ») sous vide secondaire [J16]. Le suivi in situ de la transformation de phase par mesure de résistivité quatre points (méthode du potentiel) a montré que dans les conditions expérimentales utilisées, la transformation de phase a exclusivement lieu pendant la mise en température et ne se poursuit pas au cours du fluage. Cette technique a été préalablement soigneusement étalonnée et validée par rapport à d'autres méthodes (calorimétrie, analyse d'images sur coupes métallographiques). Le comportement en fluage dans chacun des domaines monophasés alpha et bêta se modélise aisément par des lois puissance (lois de Norton sans seuil) pour les faibles valeurs de contrainte utilisées (Figure II-5). Dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$, les deux alliages présentent un adoucissement important sous faibles contraintes : la vitesse de fluage est supérieure aux valeurs obtenues par extrapolation des comportements de chacune des deux phases prises séparément (Figure II-6). Une loi d'écoulement a été identifiée séparément pour chacune des températures du domaine biphasé.

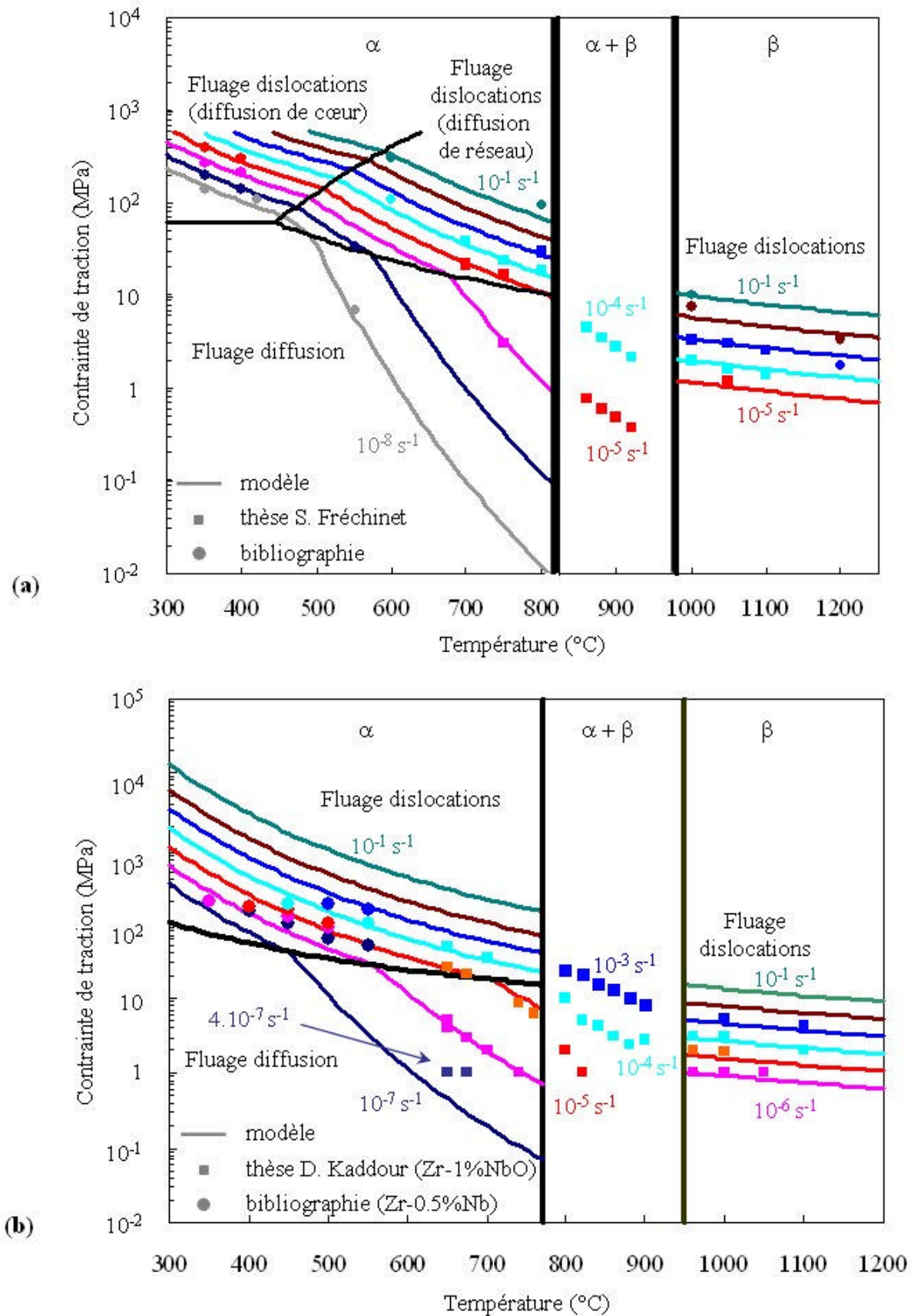


Figure II-5 : Cartes de mécanismes de déformation obtenues en fluage uniaxial (traction selon l'axe des tubes de gainage) pour (a) le Zircaloy-4 et (b) l'alliage Zr-1%NbO. Le modèle fait appel à des lois puissance (de Norton) sans seuil. D'après [J16].

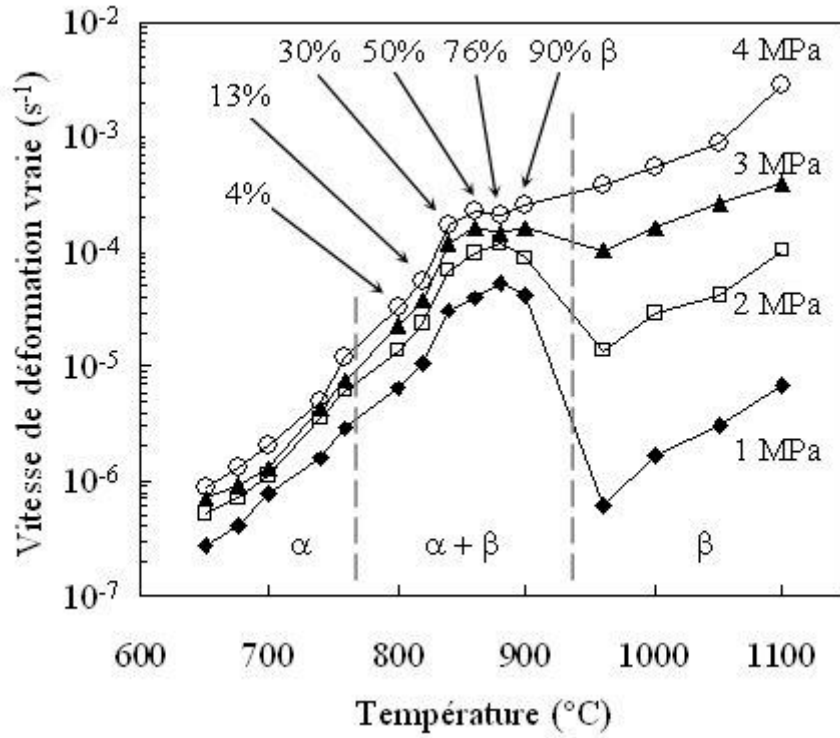


Figure II-6 : Comportement en fluage de l'Alliage Zr-1%NbO dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$. Les chiffres indiquent la fraction de phase β déterminée par résistivité. D'après [J16].

Une fois le comportement en fluage connu, une série d'essais de dilatométrie sous charge constante a permis d'explorer la (visco)plasticité de transformation de chacun des deux alliages. Pour l'alliage Zr-1%NbO, l'ensemble de la déformation en fonction du temps s'explique par le fluage de l'alliage au cours de l'essai, si on tient compte de la dissymétrie de comportement entre chauffage et refroidissement qui est intimement liée à la microstructure, comme on le verra par la suite. Le comportement du Zircaloy-4 est très différent (Figure II-7) : on observe une symétrie de comportement entre chauffage et refroidissement, ainsi qu'une déformation très élevée une fois que l'on retire la déformation « thermique » (mesurée à contrainte nulle) et la déformation de fluage (calculée à l'aide des lois de comportement précédemment établies). La viscoplasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée (Figure II-7b) est non négligeable. Elle a été modélisée en adaptant le modèle phénoménologique de [Leblond et coll. 1989] au cas d'une phase molle (bêta) se développant autour d'une phase dure (alpha) pour l'étape de chauffage ; le modèle de Leblond a été directement utilisé au refroidissement, ce qui donne les équations suivantes :

$$\varepsilon_{\text{viscopl. de transfo}} = K \cdot \phi(z) \cdot \sigma_{\text{appliquée}} \quad (\text{II-3a})$$

$$\text{Au chauffage : } \phi(z) = 1 - (1 - z) (1 - \ln z) \quad (\text{II-3b})$$

$$\text{Au refroidissement : } \phi(z) = z (1 - \ln z) \quad (\text{II-3c})$$

Le coefficient de proportionnalité K entre viscoplasticité de transformation et contrainte appliquée a été ajusté sur les valeurs expérimentales de la déformation à la fin du cycle thermique sous charge. Le taux de transformation, z , a été calculé à partir du suivi in situ de la résistivité du matériau. L'accord entre modèle et expérience est tout à fait satisfaisant (Figure II-7).

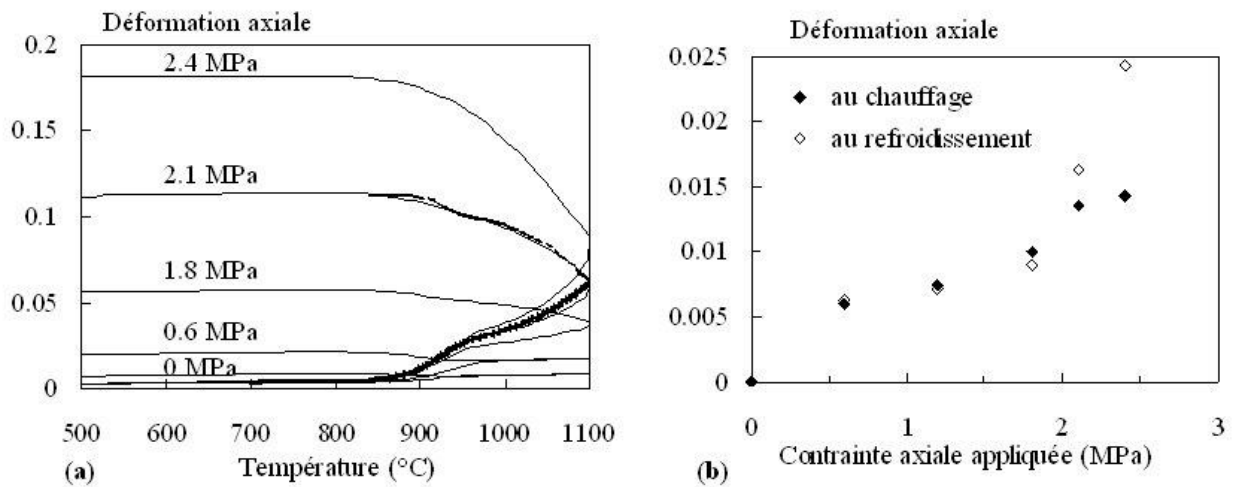


Figure II-7 : Viscoplasticité de transformation de l'alliage Zircaloy-4. (a) Déformation au cours d'un cycle thermique sous chargement constant de traction dans l'axe du gainage. Les symboles représentent la prédiction du modèle phénoménologique pour une contrainte initiale de 2,1 MPa. (b) Déformation de transformation au cours des différents cycles thermiques sous charge. D'après [C2].

En l'absence d'un dispositif de trempe très rapide sur la machine, il n'est pas possible de « figer » la microstructure du Zircaloy-4 au cours de la transformation de phase, c'est-à-dire tant que la température avant refroidissement est inférieure à la température de transus (100% β) : la phase α en fin de refroidissement est toujours équiaxe et ne permet pas de retrouver la microstructure dans le domaine biphasé. La morphologie des phases étant donc inconnue, il est difficile a priori de modéliser finement le comportement en fluage dans le domaine biphasé ainsi que les mécanismes gouvernant la plasticité de transformation.

Dans le cas de l'alliage Zr-1%NbO, aucune viscoplasticité de transformation n'est détectée mais le comportement en fluage dans le domaine biphasé est très différent au chauffage et au refroidissement (Figure II-8). La différence entre fractions respectives de phases α et β à une température donnée, entre les deux états métallurgiques (chauffage ou passage par la phase β) (Table II-2) n'explique pas à elle seule cet écart de comportement. L'effet de la microstructure (morphologie, répartition spatiale, voire composition chimique des phases) est donc prépondérant, en particulier dans le domaine du fluage diffusionnel. Les interphases α/β sont nettement plus tortueuses au refroidissement (Figure II-8c), alors même que dans les deux cas il est possible que la phase β représente la matrice (une partie seulement de ses joints de grains étant recouverte par la phase α primaire au refroidissement).

Table II-2 : Fractions de phase β au chauffage et au refroidissement après palier de 2 min à 1050°C. D'après la thèse de D. Kaddour [2004].

Température d'essai de fluage	800°C	840°C	860°C	880°C	900°C
Fraction de β au chauffage direct	4%	30%	50%	76%	90%
Fraction de β au refroidissement	6%	22%	36%	66%	78%

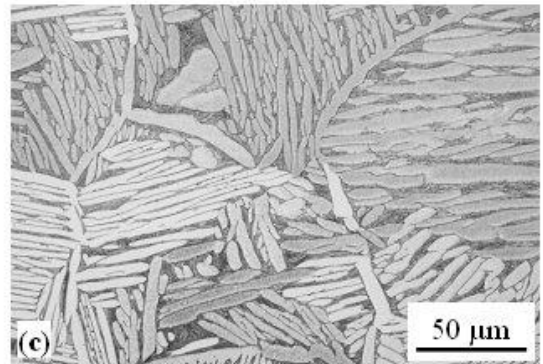
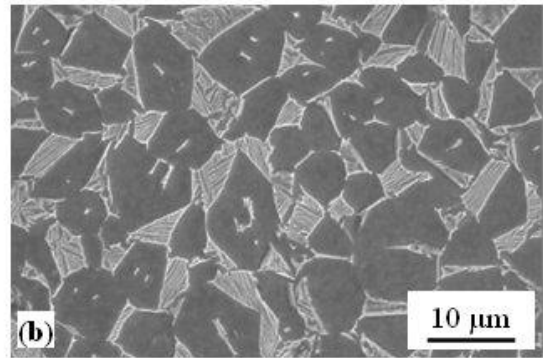
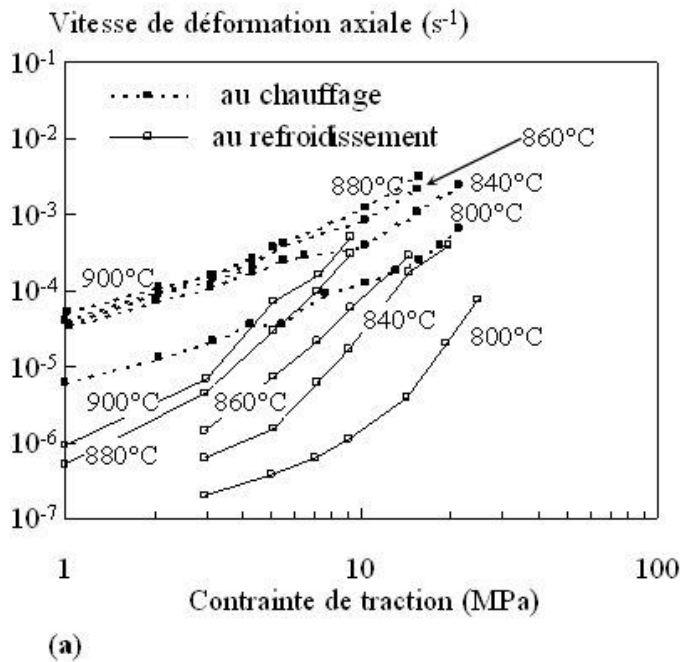


Figure II-8 : Comportement en fluage de l'alliage Zr-1%NbO dans le domaine biphasé au chauffage et au refroidissement (montées et descentes en température à 200°C/min, maintien 2 min à 1050°C avant refroidissement). (a) courbes de fluage ; (b) microstructure après chauffage jusqu'à 860°C et fluage ; (c) microstructure après chauffage puis refroidissement jusqu'à 860°C puis fluage. D'après la thèse de D. Kaddour [2004].

L'effet de la microstructure sur le comportement en fluage a été confirmé par des essais de fluage dans le domaine quasi-alpha (650 à 760°C) après le cycle thermique suivant (appelé retraitement) : chauffage à 300°C/min jusqu'à une température T_1 , maintien une minute à T_1 , refroidissement à 300°C/min jusqu'à 575°C pour transformer au maximum en phase alpha, stabilisation 30 min, puis réchauffage à 50°C/min, maintien 1 ou 30 min (cette valeur n'affecte pas les résultats) et essai de fluage. Pour $T_1 = 1050^\circ\text{C}$ on obtient une microstructure en panier tressé qui flue très peu dans le régime du fluage diffusionnel (Figure II-9). Le blocage du fluage diffusionnel peut être expliqué soit par le caractère tortueux des interfaces du matériau retraité (Figure II-9b), soit par un comportement différent des phases β interlattes (ou plus exactement interplaquettes, d'après l'étude morphologique de coupes parallèles en série), dont l'analyse sur répliques extractives a montré qu'elles contenaient 13 à 16% de Nb, par rapport aux grains β équiaxes et aux films β intergranulaires rencontrés au cours d'un chauffage direct à la température d'essai de fluage.

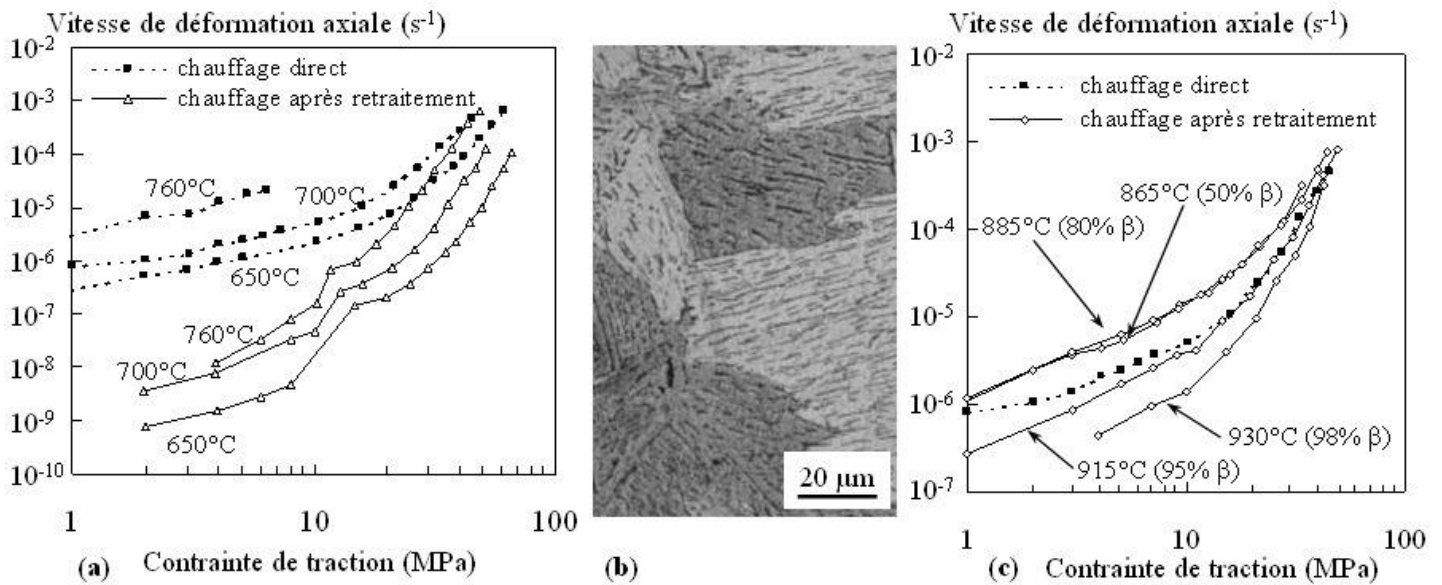


Figure II-9 : Comportement en fluage de l'alliage Zr-1%NbO dans le domaine quasi- α au chauffage direct et après retraitement : (a) courbes de fluage ; (b) microstructure en panier tressé après retraitement et fluage à 760°C ; (c) effet de la température maximale, T_1 , atteinte lors du retraitement (durée 1 minute) sur le comportement en fluage à 700°C. D'après la thèse de D. Kaddour [2004].

Lorsque l'on fait varier T_1 et donc le taux de transformation maximal atteint au cours du retraitement, on constate une légère accélération du fluage pour les valeurs les plus basses de T_1 , puis un blocage progressif du fluage aux basses contraintes lorsque l'on augmente encore T_1 (Figure II-9c). Si le grain β atteint moins de 20 μm lors du retraitement, une accélération du fluage est relevée, sans modification évidente de la microstructure par rapport au matériau non traité. Dès que la taille de grain β dépasse 20 μm , une microstructure de trempe y est observée après le retraitement, ce qui a tendance à bloquer le fluage diffusif.

Le fort effet de la microstructure et la forte dissymétrie qu'il implique sur les courbes de dilatométrie sous charge entre chauffage et refroidissement sont liés à la trempabilité de l'alliage Zr-1%NbO, qui est bien supérieure à celle du Zircaloy-4. Aucune phase de trempe n'est observée sur ce dernier, pour des retraits dans le domaine biphasé, avec le refroidissement le plus rapide accessible à notre machine (300°C/min).

Les deux thèses de S. Fréchet et D. Kaddour ont donc montré l'existence d'une viscoplasticité de transformation pour le Zircaloy-4 au chauffage comme au refroidissement, avec dans les deux cas une microstructure équiaxe, et l'absence d'un tel effet dans l'alliage Zr-1%NbO, remplacé par un fort effet de microstructure. Il est à noter que la microstructure en colonies de plaquettes obtenue par refroidissement ne donne pas lieu, malgré les relations entre morphologie et cristallographie de ces plaquettes, à une viscoplasticité de transformation en traction. Dans cet alliage, comme c'est également le cas pour le titane, l'éventuelle sélection de variants ou, du moins, la polarisation de la microstructure lors de la transformation au refroidissement sous charge (non étudiée ici) ne se traduit donc pas sur le comportement mécanique macroscopique.

II.3. Plasticité cristalline

Dans les études tournant autour de la plasticité cristalline (c'est-à-dire considérant chaque orientation de grains, voire chaque grain individuellement), mes travaux constituent une base expérimentale en appui

d'études portant généralement majoritairement sur la simulation numérique d'agrégats multicristallins, c'est-à-dire comportant un nombre limité de grains considérés individuellement.

II.3.1. Déformation des revêtements de galvanisation (J8)

Les revêtements de galvanisation au trempé, qui protègent les tôles d'acier contre la corrosion, sont réalisés par solidification d'une couche mince (typiquement moins de 10 μm d'épaisseur pour les tôles destinées à l'automobile) de zinc sur le substrat. Les grains obtenus sont très larges (plusieurs centaines de micromètres) mais de faible épaisseur. La thèse de Rodolphe Parisot, en partenariat avec Arcelor (Centre de recherches de Montataire) a été consacrée à la caractérisation expérimentale et à la modélisation des mécanismes de déformation de tels revêtements et à l'effet du confinement par le substrat, par comparaison avec des échantillons de zinc massif de même composition chimique. Un exemple d'étude préliminaire est donné dans [J8].

La méthode expérimentale est à présent largement pratiquée dans plusieurs laboratoires, en particulier ceux de la Fédération Francilienne de Mécanique, Matériaux, Structures et Procédés (F2Mmsp) dont fait partie le Centre des Matériaux. Elle consiste à cartographier la zone utile de l'éprouvette par EBSD (Figure II-10 a et b) avant de soumettre celle-ci à un essai mécanique. On observe ensuite les modes de déformation locaux (ici via des analyses de traces de glissement ou de maclage) et on les compare avec les prédictions d'un calcul par éléments finis (Figure II-10d), utilisant un maillage calqué sur les données expérimentales (Figure II-10c), et utilisant une loi de comportement à l'échelle des systèmes de glissement et de maclage.

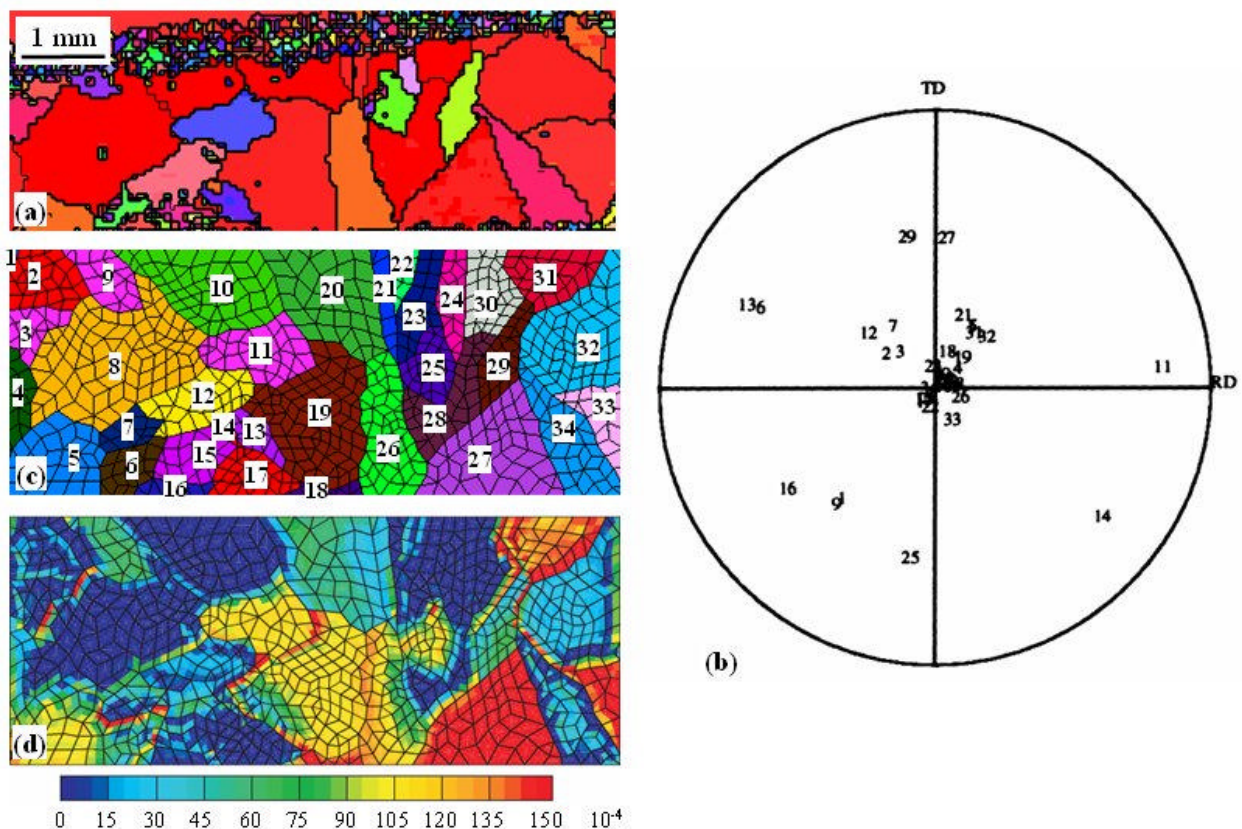


Figure II-10 : Analyse d'une éprouvette de traction d'un acier doux (sans interstitiels) recouvert d'une couche de zinc par galvanisation au trempé. (a) Cartographie EBSD (orientation de la normale à l'échantillon dans le triangle standard) ; (b) figure de pôles $\{0001\}$ correspondante ; (c) maillage utilisé pour le calcul par éléments finis avec repérage des grains ; (d) prédiction de la contribution du glissement pyramidal $\frac{1}{3} \{1\bar{1}23\} \{11\bar{2}3\}$ à la déformation locale (déformation macroscopique : 1%). La direction de traction est horizontale. D'après [J8].

Les particularités de ce matériau pour un tel type d'étude sont les suivantes :

- la couche de zinc, très fine, nécessite une méthode spécifique pour être préparée par polissage électrolytique pour les analyses par EBSD ;
- le matériau est fortement texturé, la croissance sélective des grains entraînant le plus souvent un axe c normal au plan de la tôle (Figures II-10 a et b) ;
- la déformation dans les grains de zinc est quasiment imposée par celle du substrat, ce qui induit dans le zinc un état de contraintes fortement biaxial avec une forte composante de compression dans le plan de la tôle, perpendiculairement à la direction de traction.

La déformation est donc bien plus homogène que ce que prédit le calcul en l'absence de substrat [J8]. Bien que le glissement basal soit théoriquement le plus facile, et de loin, à activer (cission critique de 1,5 MPa contre au moins 15 MPa pour les autres systèmes), l'activation d'autres systèmes est à la fois observée expérimentalement et prédite par le calcul (Figure II-10d). La même étude a été effectuée avec des éprouvettes d'emboutissage, en modifiant les conditions d'analyse EBSD (changement de la distance de travail et de l'inclinaison de l'échantillon) pour des raisons d'encombrement dans le MEB.

Dans ce type d'étude, nous avons systématiquement cherché à automatiser le dépouillement des données d'EBSD, notamment ici d'analyses de traces de glissement et de maillage, afin de fournir au laboratoire un ensemble d'outils disponibles pour les utilisateurs actuels et futurs de l'EBSD.

II.3.2. Déformation des aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés vieillis (J10)

La microstructure grossière et la microtexture particulière des aciers inoxydables austéno-ferritiques vieillis (cf. I.3.1) confère à ces matériaux des propriétés inhabituelles en traction et en fatigue. Lorsque la ferrite δ est vieillie aux alentours de 400 à 475°C, elle est durcie et fragilisée par une démixtion fer-chrome qui a lieu à une échelle nanométrique. Elle peut alors rompre localement de manière fragile, par clivage ou cisaillement localisé, à la température ambiante. Les microfissures ainsi créées mènent à une rupture ductile précoce du matériau. La thèse de Stéphane Bugat a été consacrée, à la suite d'études précédemment menées au laboratoire [Joly et Pineau 1991, Joly et coll. 1992, Devillers-Guerville et coll. 1997] à l'établissement d'un critère local d'amorçage de fissure prenant en compte les orientations cristallines locales. Une modélisation micromécanique à trois échelles a été développée de la manière suivante [Bugat et coll. 1999] :

- l'ensemble « colonie d'austénite γ dans un grain de ferrite δ » est modélisé comme un bicristal, avec un motif périodique de croix en 3D permettant de tenir compte du fait que chaque phase est continue dans le matériau, quitte à ne pas prendre la morphologie réelle en compte ;
- une homogénéisation est effectuée pour identifier les paramètres de la loi de comportement d'un « milieu homogène équivalent » à ce bicristal, en fonction de l'orientation cristalline des deux phases ;
- une deuxième homogénéisation est effectuée pour déduire le comportement d'une éprouvette dite « poly-bicristalline » à partir des différents bicristaux « homogénéisés » qui la composent.

Les coefficients du modèle de plasticité cristalline (échelle la plus fine) de la ferrite et de l'austénite ont été identifiés à partir d'essais de traction uniaxiale. Ils permettent, en retour, d'estimer l'activité locale des systèmes de glissement et de construire un critère local de clivage de la ferrite, donc d'amorçage de fissures, point de départ de l'endommagement ductile du matériau.

Dans le cadre de cette thèse, l'EBSD a été utilisée à la fois pour caractériser les éprouvettes de traction lisses ou entaillées avant essai et pour analyser les systèmes de glissement et/ou les fissures de clivage dans les deux phases. Un exemple est donné dans [J10]. Les bords des grains de ferrite et des colonies d'austénite sont reconstruits individuellement par un dépouillement spécifique des cartographies EBSD (Figure II-11). On remarque, conformément aux observations précédentes (I.3.1), que les colonies d'austénite ne sont pas nécessairement contenues dans un seul grain de ferrite. Le nombre de bicristaux est donc supérieur à celui des colonies d'austénite. Deux résultats ont été notamment mis en évidence par comparaison entre les observations expérimentales et les prédictions du modèle :

- Des bandes de localisation de la déformation apparaissent là où le système de glissement commun aux deux phases (en se référant à une relation d'orientation de type Kurdjumov-Sachs) est facilement activé par le champ de contraintes locales (Figure II-12).
- Les amas de fissures de clivage dans la ferrite apparaissent dans les bicristaux pour lesquels le système de glissement commun aux deux phases n'est pas activé, ce qui entraîne de fortes incompatibilités de déformation aux interfaces entre phases, pouvant induire une déformation très hétérogène dans la ferrite et la microfissuration de celle-ci par clivage (Figure II-13).

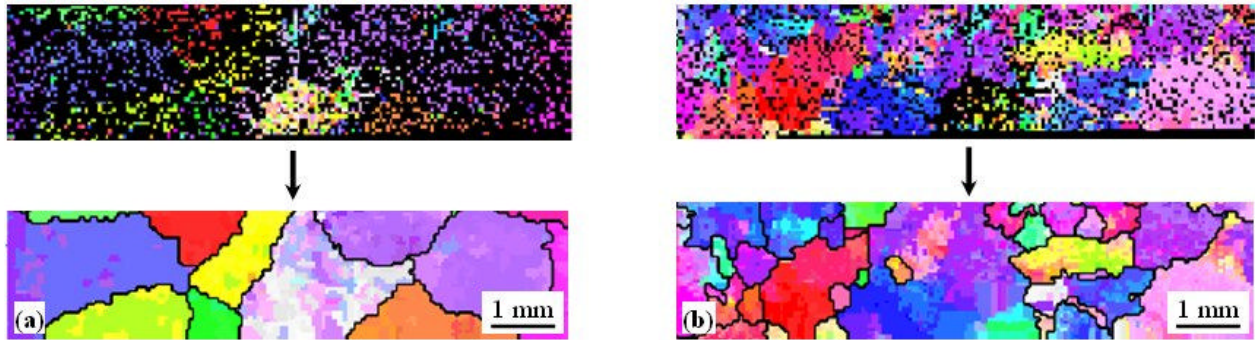


Figure II-11 : Reconstruction individuelle des grains de ferrite (a) et des colonies d'austénite (b) à partir de la cartographie EBSD d'une éprouvette de traction lisse d'un acier inoxydable austéno-ferritique vieilli, d'après [J10] et la thèse de S. Bugat [2000]. Le code de couleurs suit l'orientation de la direction de traction (horizontale) dans le triangle standard de chaque phase.

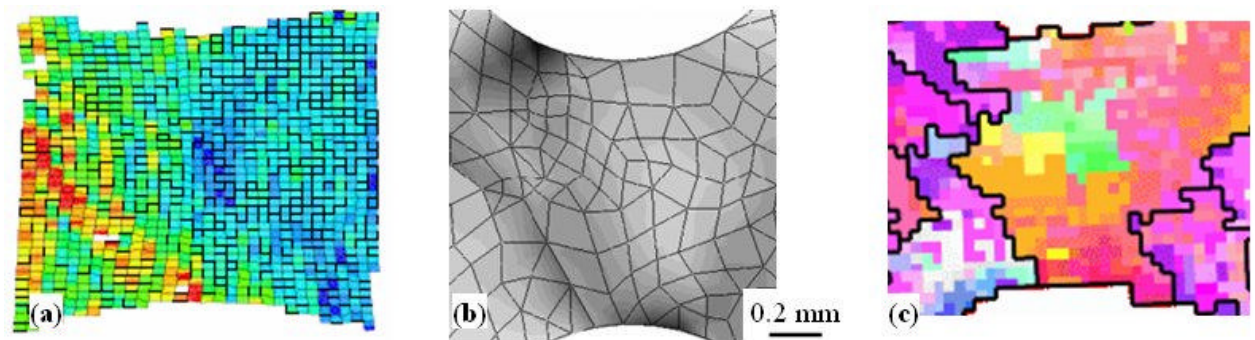


Figure II-12 : Essai de traction in situ dans le MEB sur éprouvette plate entaillée d'un acier inoxydable austéno-ferritique vieilli. Comparaison entre les champs de déformation plastique cumulée (a) mesurés en surface par corrélation d'images et (b) prédits par le modèle ; la zone entaillée de l'éprouvette contient plusieurs colonies d'austénite (c) mais un seul grain de ferrite. Le modèle prédit la localisation de la déformation en début d'essai en accord avec les observations expérimentales. La direction de traction est horizontale. D'après [J10] et la thèse de S. Bugat [2000].

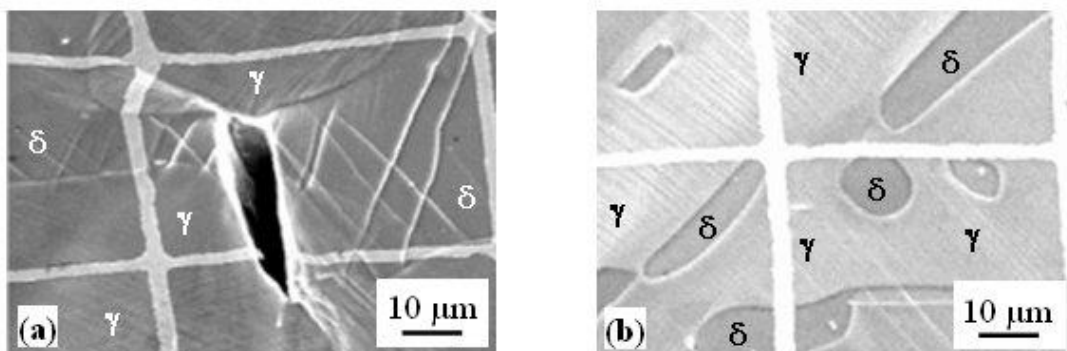


Figure II-13 : Observation des zones endommagées en premier lors d'un essai de traction sur éprouvette lisse d'un acier inoxydable austéno-ferritique vieilli. (a) Déformation hétérogène et fissuration de la ferrite dans un bicristal pour lequel le facteur de Schmid du système de glissement commun aux deux phases vaut 0,05 ; (b) déformation homogène et absence de fissuration dans un bicristal pour lequel ce facteur vaut 0,4. D'après [J10].

II.3.3. Plasticité et rupture d'une microstructure bainitique synthétique numérique (C16)

Le comportement mécanique et les propriétés à rupture des aciers 16MND5 (A508) constituant la cuve des réacteurs nucléaires français REP ont été largement étudiés, en particulier par l'approche locale de la rupture [Mudry 1987]. On s'intéresse ici au risque de rupture fragile par clivage, pour lequel la contrainte locale joue un rôle primordial. Celle-ci est gouvernée à la fois par la présence et la tenue mécanique des secondes phases et des interfaces entre secondes phases (MnS, carbonitrures de titane...) et matrice, d'une part, et par les hétérogénéités inhérentes à la microstructure et à la microtexture complexe de la matrice de bainite revenue, d'autre part. La thèse de Nikolay Osipov (EDF/CEA, direction G. Cailletaud) s'inscrit dans le développement de nouveaux modèles qui tendent à décrire les champs mécaniques locaux à l'aide de microstructures synthétiques aussi réalistes que possible [Mathieu et coll. 2006]. La première étape de ce modèle consiste à générer et valider une image 3D de bainite « synthétique », puis à définir un maillage par éléments finis respectant la microstructure ainsi générée. Partant de grains austénitiques équiaxes (et non maclés) représentés par 120 polyèdres de Voronoï, plusieurs « découpages » de chaque grain en paquets de bainite (monocristallins) ont été testés, sans introduire pour le moment de sélection locale de variants. Des images 3D ainsi obtenues, on extrait des coupes 2D qui sont comparées à des cartographies EBSD sur microstructures réelles (source CEA). Les critères de comparaison sont les suivants :

- distribution de taille des « grains », en seuillant la taille de grains à 10 pixels soit environ $10 \mu\text{m}^2$ pour éviter d'inclure les zones mal indexées de la microstructure réelle ;
- distribution du facteur de forme de ces « grains » ;
- distribution des angles de désorientation entre « grains » voisins.

Parmi les découpages possibles de chaque grain d'austénite, trois ont été testés selon ces critères :

- le type III est un mélange de grains d'austénite découpés en « tranches » et de grains d'austénite découpés en « parts » selon des polyèdres de Voronoï ;
- le type IV est un découpage de chaque grain d'austénite en polyèdres de Voronoï, les germes étant situés au milieu des joints de grains d'austénite ;
- le type V consiste à générer un variant (à interphases parallèles) croissant d'un bout à l'autre du grain d'austénite, puis à découper le reste du grain d'austénite par un découpage de type IV.

Le type V satisfait mieux les critères ci-dessus que les types III et IV, même si la microtexture n'est pas fidèle à la microtexture réelle du fait de l'absence de sélection locale de variants (Figure II-14).

Les maillages générés à partir de ces images 3D sont volumineux (7.10^5 éléments quadratiques à 10 nœuds, soit environ 10^6 nœuds maillant environ 1200 paquets de bainite après découpage de type V). Un modèle d'élasto-viscoplasticité cristalline est ensuite utilisé pour soumettre cette microstructure synthétique à un essai numérique de traction simple. Les systèmes de glissement considérés sont ici $\{\bar{1}0\}_{111}$ et $\{\bar{1}\bar{2}\}_{111}$. Deux microstructures sont testées : l'agrégat obtenu par découpage de type V et un agrégat obtenu en utilisant l'image des grains austénitiques et en attribuant à ceux-ci le comportement de la ferrite (grains de ferrite équiaxes). La microstructure équiaxe donne une contrainte locale maximale plus faible et une réponse plus hétérogène. Les calculs sont actuellement en cours pour préciser ces résultats et introduire un critère local de rupture. A noter que comme les lois de comportement n'introduisent pas de longueur interne, l'effet essentiellement pris en compte ici est celui de la morphologie, de la répartition et du voisinage des différents cristaux (ou paquets de bainite) sur les incompatibilités locales de déformation.

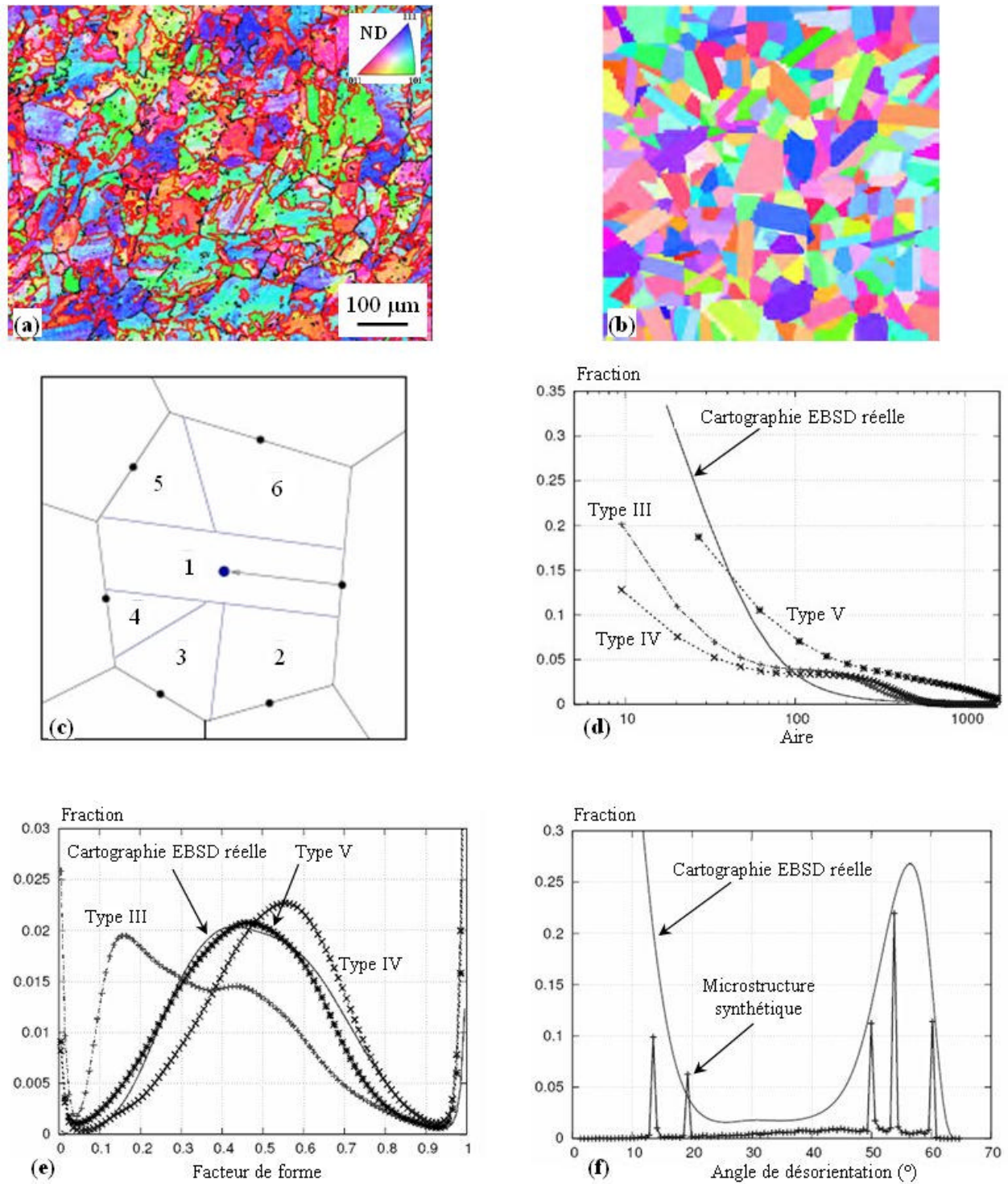


Figure II-14 : Comparaison entre (a) une cartographie EBSD obtenue sur échantillon réel et (b) une microstructure synthétique générée numériquement, ici par un découpage de type V (c). Validation du choix du découpage par (d) la distribution des tailles de grains, (e) la distribution du facteur de forme des grains et (f) la distribution des angles de désorientation entre voisins. D'après [C16].

II.4. (Visco)plasticité et transformations de phase : bilan et perspectives

L'étude de l'interaction entre le comportement plastique ou viscoplastique et les caractéristiques des produits de transformations de phase implique à la fois une activité expérimentale assez lourde (dans notre cas, essais multiaxiaux, essais sous faible contrainte dans un environnement chimique maîtrisé) et l'utilisation de moyens numériques également assez lourds (calcul de microstructures en 3D). Mes travaux dans ce domaine se poursuivent dans deux directions.

La première direction, dans le cadre de mes activités propres, concerne l'évaluation des propriétés mécaniques en interaction avec la formation même de la microstructure, en particulier dans les alliages de zirconium. A la suite des deux thèses de Stéphane Fréchet et de Djillali Kaddour, la thèse de Gwénaél Trégo est consacrée à la caractérisation et à la modélisation du comportement en fluage d'alliages de zirconium dans le domaine biphasé, dans lequel ces alliages paraissent moins résistants (du moins sous de faibles contraintes appliquées) que chacune des deux phases prises séparément. Est-ce un effet de texture, de taille de grains (notamment bêta), de composition chimique des phases, de glissement aux interfaces ? Des expériences en cours sur alliages modèles, ainsi que le calcul en 3D du comportement de microstructures « réalistes » devraient nous aider à éclaircir ce point. Un autre exemple porte sur la modélisation morphologique la plus réaliste possible de la microstructure bainitique d'un acier faiblement allié (thèse de Nikolay Osipov) afin d'estimer les hétérogénéités de contraintes entre les différents cristaux lors d'un essai mécanique.

La seconde direction, en lien plus étroit avec l'équipe des numériciens du laboratoire, consiste en un appui « métallurgiste », voire « mécanicien expérimentateur » à la modélisation numérique, notamment de l'effet de la morphologie et/ou de la texture des phases sur les propriétés mécaniques résultantes (ici la plasticité). Parmi mes activités récentes, en cours et futures on peut citer :

- des actions « ponctuelles » telles que la caractérisation par EBSD des grains de fils de tungstène fortement déformés (thèse de Manel Rodriguez Ripoll encadrée par S. Forest dans le cadre d'un réseau européen Marie Curie) : ou comment tenter de relier les grains (au sens cristallographique) aux entités révélées par attaque métallographique ; d'autres actions se sont également inscrites dans ce cadre, telles que le master de Sanae Naamane sur les alliages de magnésium (le maillage étant traité numériquement comme une transformation de phase dans un modèle polycristallin à deux échelles) et le post-doctorat de Fouad El-Houdaigui sur les alliages de cuivre ;
- l'encadrement de thèses à forte composante numérique telles que celle de Dinh-Trung Doan sur la rupture d'un alliage de zirconium en conditions d'accident d'injection de réactivité (RIA). Il s'agit de caractériser expérimentalement et de modéliser la rupture ductile sous sollicitations biaxiales à l'aide d'un modèle polycristallin simplifié. De telles collaborations vont également se développer dès la rentrée 2007 autour du comportement élastoplastique d'aciers à plasticité induite par le maillage (TWIP) dans le cadre de la thèse de Julie Lorthios.

CHAPITRE III : APPROCHE LOCALE DE LA RUPTURE D'ALLIAGES METALLIQUES EN TANT QUE PRODUITS DE TRANSFORMATIONS DE PHASE

Le présent chapitre est consacré au rôle de la microstructure, en tant qu'issue de transformations de phase (solidification, transformations contrôlées par la diffusion ou martensitiques, voire modifications locales créées par un environnement chimique agressif) sur les propriétés d'endommagement et de rupture d'alliages métalliques. La caractérisation métallurgique des transformations de phase conduisant à ces microstructures a été abordée dans le Chapitre I. On s'intéresse dans ce chapitre à l'endommagement et à la rupture d'aciers, d'alliages d'aluminium et de nickel en lien avec la nature, la fraction volumique, la répartition spatiale et la microtexture des phases. Comme dans le chapitre précédent, l'accent est mis à la fois sur la compréhension des mécanismes physiques et sur l'intégration de données quantitatives dans des modèles prédictifs de tenue en service de ces matériaux. Nous nous sommes intéressés à divers types de rupture (fragile par clivage, ductile, par fatigue ou fatigue-fluage, intergranulaire par fluage) qui structurent l'ensemble du chapitre.

III.1. Rupture fragile par clivage de joints soudés en acier

Les assemblages soudés sont des matériaux de microstructure hétérogène ayant localement subi un chargement thermomécanique complexe ; mis à part le métal « de base » (non affecté par le soudage), la zone de « métal fondu » possède une microstructure de solidification influencée par les transformations de phase et les traitements thermiques ultérieurs. Entre ces deux zones, le métal non fondu de la zone affectée thermiquement (ou ZAT) a subi des cycles thermiques, voire thermomécaniques plus ou moins sévères selon le procédé et les conditions de soudage (Figure III-1).

Selon les conditions de soudage, les matériaux utilisés et les conditions de fonctionnement de l'assemblage soudé (traitement thermique de détensionnement post-soudage, utilisation en service), telle ou telle zone de l'assemblage peut potentiellement présenter un point faible vis-à-vis de la rupture. Nous avons étudié deux types de rupture : par fluage à haute température (III.4) et par clivage à basse température.

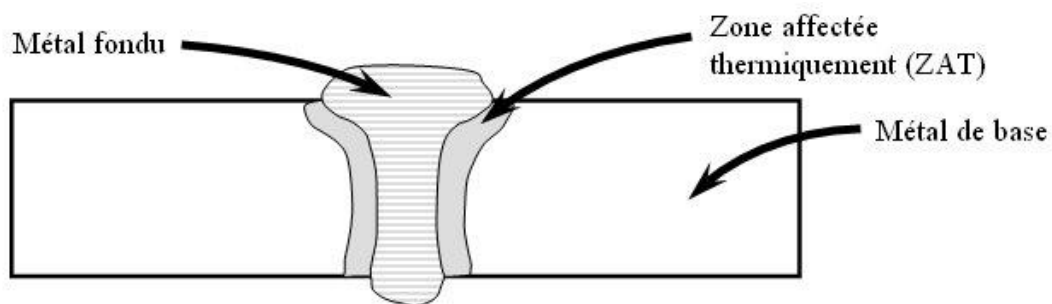


Figure III-1 : Vue schématique, en coupe, d'un joint soudé.

III.1.1. Etudes de compréhension sur ZAT simulées

Nos premières études ont uniquement considéré le cas où le point faible est la ZAT et où on cherche un critère de rupture pour cette ZAT (voire cette partie de ZAT). Les microstructures bainitiques déjà présentées dans le Chapitre I (I.1.1.) (thèse d'Astrid Lambert-Perlade) sont en fait des ZAT simulées par traitement thermique sur la machine Gleeble 1500 d'Arcelor Research à Maizières-lès-Metz. Afin de reproduire le plus fidèlement possible les microstructures critiques de ZAT obtenues par soudage manuel à l'arc sur cet acier repéré E450 (Table III-1), trois cycles thermiques ont été choisis (Table III-2). On obtient des

microstructures simulant les ZAT à gros grains austénitiques (CGHAZ-25s et CGHAS-120s) et à cette même zone partiellement réausténitisée au cours d'un deuxième cycle dit « intercritique » (ICCGHAZ-25s).

Table III-1 : Composition chimique pondérale des aciers utilisés pour étudier la rupture fragile par clivage de joints soudés.

Acier	C	Mn	Si	S	P	Al	Mo	Cu	Cr	Ni	N	Nb+V	Source
E450	0,07	1,5	0,32	0,001	0,012	0,027	0,12	0,16	0,06	0,47	0,006	0,014	[J7]
9Ni	0,05	0,56	0,24	0,001	0,002	-	0,06	-	0,05	9,15	-	0,008	[C9]
2,25Cr-1Mo	0,14	0,54	0,10	0,003	0,004	-	1,02	-	2,25	0,07	-	0,005	[C9]
G.P.	0,07	1,4	0,40	-	-	-	-	-	-	-	-	(V)	[C10]

Table III-2 : Cycles thermiques principalement utilisés pour créer les microstructures de ZAT simulées à partir de l'acier E450 de la Table III-1 et caractéristiques métallurgiques résultantes. La vitesse de chauffage est de 520°C/s. $\Delta t^{8/5}$ est le temps de refroidissement entre 800 et 500°C. Le refroidissement après le cycle 2 est identique à celui du cycle 1. D'après [J6] et [J7]. (M.O. : microscopie optique)

Cycle	Cycle 1		Cycle 2	
	T _{pic} (°C)	$\Delta t^{8/5}$ (s)	T _{pic} (°C)	$\Delta t^{8/5}$ (s)
CGHAZ-25s	1250	25	-	-
ICCGHAZ-25s	1250	25	775	25
CGHAZ-120s	1250	120	-	-
ICCGHAZ-25s-2	1250	25	745	25

Cycle	Taille de grains austénitiques (µm)	Taille de paquets (µm)	Largeur des lattes (µm)	% composés M-A	% d'austénite retenue	% de cette austénite transformée après passage à l'azote liquide (Diffraction des neutrons)	% pondéral moyen de carbone dans l'austénite retenue (Diffraction des rayons X)
	(M.O.)	(EBSD)	(MET)	(M.O.)	(Diffraction des rayons X)		
CGHAZ-25s	56	12	0,9	4	2,3	10	1,21
ICCGHAZ-25s	60	12	0,9	8	4,2	20	1,05
CGHAZ-120s	76	35	1,3	5	4,0	10	1,07
ICCGHAZ-25s-2	50	12	0,9	11	non mesuré	-	-

Dans une première étape, nous avons étudié les mécanismes de rupture dans le domaine fragile et dans le bas de la transition fragile-ductile [J7], grâce à des essais sur éprouvettes équipées de capteurs d'émission acoustique. Les salves d'émission acoustique, particulièrement énergétiques, émises lors de la propagation d'une microfissure de clivage (au moins 10 dB de plus que le bruit lié à la plasticité) permettent, le cas échéant, de détecter la microfissuration bien avant la rupture finale de l'éprouvette. De ces essais, menés chez Arcelor Research à Maizières-lès-Metz, on tire plusieurs types d'informations.

Par interruption de l'essai dès la première salve acoustique de forte énergie, on peut étudier les microfacettes de clivage ainsi produites, soit sur coupe métallographique (Figure III-2), soit sur faciès de rupture après réusinage de l'éprouvette et rupture finale par fatigue (Figure III-3). On montre ainsi que les microfissures apparaissent près des composés martensite-austénite (M-A) et se propagent jusqu'au premier joint de forte désorientation (> 20°) qui peut finir par les arrêter.

Le suivi par émission acoustique d'un essai jusqu'à rupture permet de compter les microfissurations ayant donné lieu à arrêt avant la rupture brutale de l'éprouvette (Figure III-4).

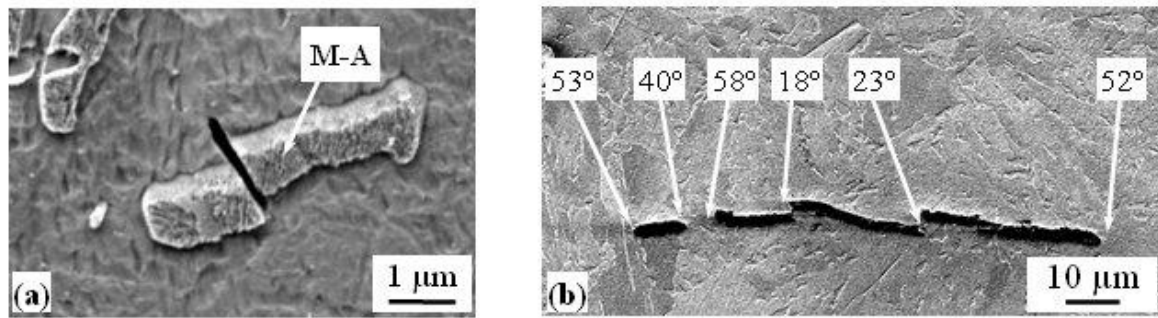


Figure III-2 : Microfissures de clivage arrêtées et observées sur coupe métallographique (cycle ICCGHAZ-25s). (a) Amorce d'une fissure par rupture d'un composé M-A (d'après [J7]). (b) Seuls les joints de forte désorientation (> 40°) permettent apparemment de gêner notablement la propagation de microfissures (EBSD, d'après [J14]).

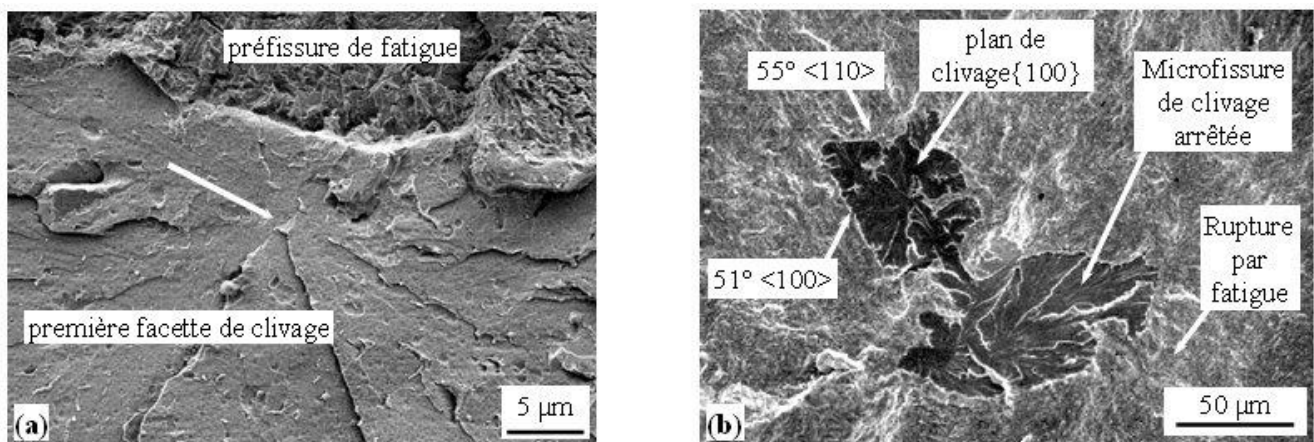


Figure III-3 : Examen fractographique d'éprouvettes ICCGHAZ-25 après interruption de l'essai et rupture finale par fatigue. (a) Test à 20°C sur éprouvette de flexion préfissurée : amorçage d'une fissure de clivage sur un composé M-A. (b) Microfissures de clivage arrêtées sur des joints de forte désorientation (éprouvette de traction axisymétrique entaillée testée à -30°C) ; les joints ont été caractérisés par EBSD après polissage parallèlement au faciès de rupture. D'après [J14].

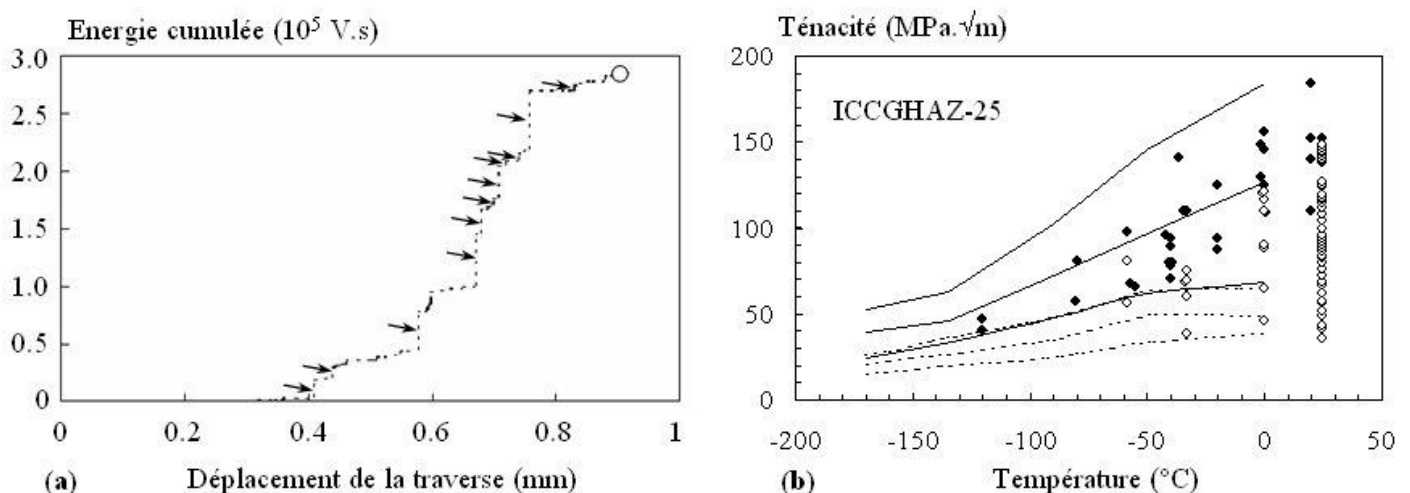


Figure III-4 : Suivi de la microfissuration par clivage grâce à l'émission acoustique. (a) Repérage des événements (flèches) lors d'un essai de flexion sur éprouvette préfissurée ICCGHAZ-25 testée à -40°C. (b) Placement de ces événements (symboles évidés) sur la courbe de transition de ténacité correspondante (symboles pleins : rupture finale ; lignes continues : prédiction du modèle à double barrière ; lignes discontinues : prévision de la première microfissuration dans la matrice bainitique par le modèle à double barrière). D'après [J14].

Plus la température est élevée, plus le nombre de microfissures arrêtées est élevé, ce qui suggère que l'obstacle majeur à la fissuration par clivage (pour une ténacité d'au moins 50 MPa√m), est le premier joint de forte désorientation rencontré par cette microfissure. L'amorçage de la première microfissure peut en revanche avoir lieu sous de faibles chargements (inférieurs à 30 MPa√m), quelle que soit la température d'essai.

Suite à ces observations, un mécanisme de fissuration en trois étapes et comportant deux barrières microstructurales a été proposé (Figure III-5).

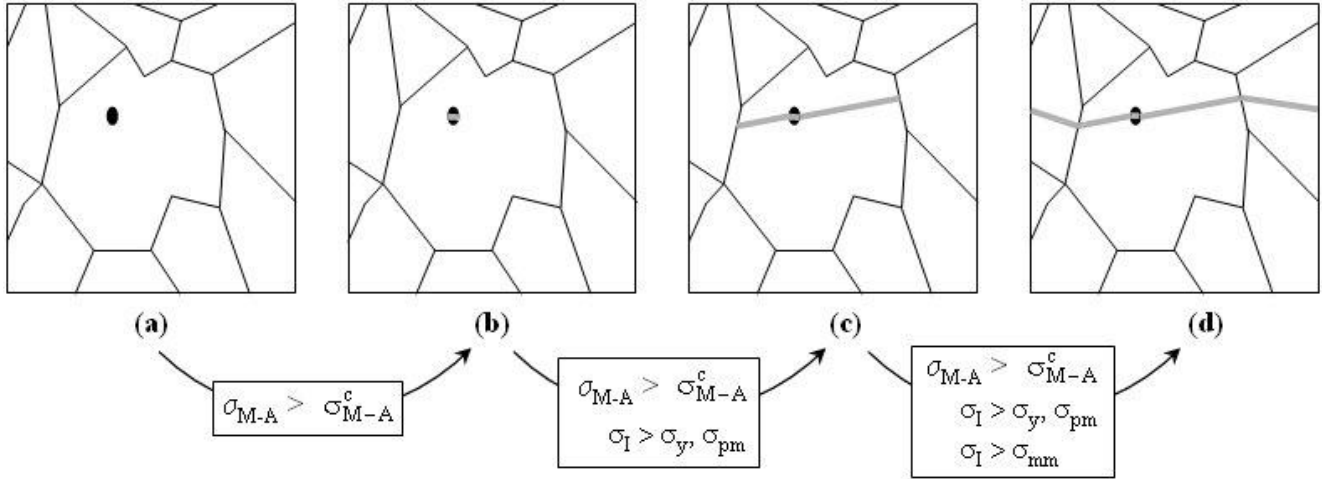


Figure III-5 : Représentation du rôle de la microstructure dans la rupture fragile d'une ZAT simulée (d'après [J14]).

(a) Configuration initiale (composé M-A et joints de forte désorientation en noir). La contrainte à rupture du composé est notée σ_{M-A}^c .

(b) Lorsque $\sigma_{M-A} > \sigma_{M-A}^c$, il y a immédiatement amorçage et propagation d'une microfissure fragile (en gris) dans le composé M-A jusqu'à l'interface particule/matrice, de résistance σ_{pm} .

(c) Si la contrainte locale autorise une déformation plastique ($\sigma_I > \sigma_y$) et si l'interface entre M-A et matrice le permet ($\sigma_I > \sigma_{pm}$), la microfissure se propage dans la matrice bainitique et finit par rencontrer un joint de forte désorientation, de résistance σ_{mm} .

(d) Dès que ce premier joint est franchi ($\sigma_I > \sigma_{mm}$), la fissure conduit immédiatement à la rupture totale de l'éprouvette.

A très basse température (domaine I), la limite d'élasticité est supérieure à σ_{M-A}^c et à la résistance des deux types de barrière. L'étape limitante de la fissuration est alors la rupture d'un composé M-A qui entraîne immédiatement la rupture de l'éprouvette. La rupture est donc contrôlée par l'amorçage de la microfissure. Conformément aux observations expérimentales, aucun endommagement n'est détecté en dehors de l'unique fissure. Pour les microstructures et les conditions d'essai étudiées, ce domaine I correspond à une température d'essai inférieure ou égale à -170°C.

Pour des températures un peu plus élevées (domaine II), $\sigma_{mm} < \sigma_{pm}$ et la limite d'élasticité a diminué : $\sigma_y < \sigma_{pm}$. Une microfissure amorcée dans un composé M-A peut alors soit s'arrêter à l'interface entre M-A et matrice, soit franchir cette interface et conduire immédiatement à la rupture de l'éprouvette (les joints de forte désorientation étant plus faciles à franchir que les interfaces entre M-A et matrice). On observe donc une fissure principale accompagnée de composés M-A endommagés.

Pour des températures plus élevées (domaine III), la résistance opposée par les joints de forte désorientation de la matrice a augmenté (émoussement local, voire éventuelle augmentation de la ténacité intrinsèque ?) et la limite d'élasticité a encore diminué : $\sigma_y < \sigma_{pm} < \sigma_{mm}$. Une microfissure amorcée dans un composé M-A peut alors se propager dans la matrice et s'arrêter à un joint de forte désorientation. Un tel événement est repérable par émission acoustique. L'une de ces microfissures peut finalement donner lieu à rupture de

l'éprouvette lorsque localement $\sigma_l > \sigma_{mm}$. On observe alors un endommagement sous forme de composés M-A fissurés et de microfissures de clivage connectées ou non à la fissure principale.

Un modèle probabiliste a été construit à partir de ces mécanismes, en s'appuyant sur les travaux de Martín-Meizoso et coll. [1994] consacrés aux aciers bainitiques rompant à partir de carbures. Dans les microstructures qui nous intéressent, nous avons remplacé les carbures par les composés M-A et considérés les paquets « cristallographiques » de bainite délimités par les angles de forte désorientation (étudiés par EBSD sur coupes métallographiques). Les différents paramètres du modèle sont les suivants :

- la contrainte à rupture des composés M-A, σ_{M-A}^c ;
- la ténacité des interfaces M-A / matrice (K_{Ia}^{pm}) et des joints de paquets de la matrice (K_{Ia}^{mm}), c'est-à-dire la résistance de ces interfaces au passage d'une microfissure (et non la rupture de ces interfaces) ; associée à la contrainte locale, cette ténacité détermine la taille critique des composés M-A (c_σ^*) et des paquets de bainite (D_σ^*) comme taille critique de fissure relative au franchissement de ces interfaces ; on choisit pour cela un critère énergétique de type Griffith ;
- la distribution de taille des composés M-A, $f_c(c)$ et des tailles de paquets cristallographiques de bainite, $f_g(D)$, données par des lois log-normales ajustées sur les mesures expérimentales.

Contribution des propriétés des composés M-A à la rupture

Afin d'évaluer l'impact des composés M-A, dont on sait déjà qu'ils sont à l'origine de la fissuration par clivage dans les microstructures étudiées, les cycles ICCGHAZ-25 et CGHAZ-120 ont été complétés par un traitement thermique à basse température (-196°C) pour déstabiliser thermiquement une partie des composés M-A encore austénitiques. Bien que la fraction d'austénite retenue ainsi déstabilisée soit faible (10 à 20%, soit moins de 2% de l'ensemble du matériau), l'effet sur la température de transition fragile-ductile en résilience Charpy est non négligeable, de l'ordre de +20°C (Figure III-6). La formation de martensite fraîche, ainsi que les perturbations locales qu'une telle transformation de phase à basse température peut induire sur la matrice bainitique voisine, influencent notablement les propriétés à rupture de ces microstructures. La structure interne complexe de ces composés, directement issue du cycle de soudage [J6], joue donc un rôle important dans la fissuration par clivage.

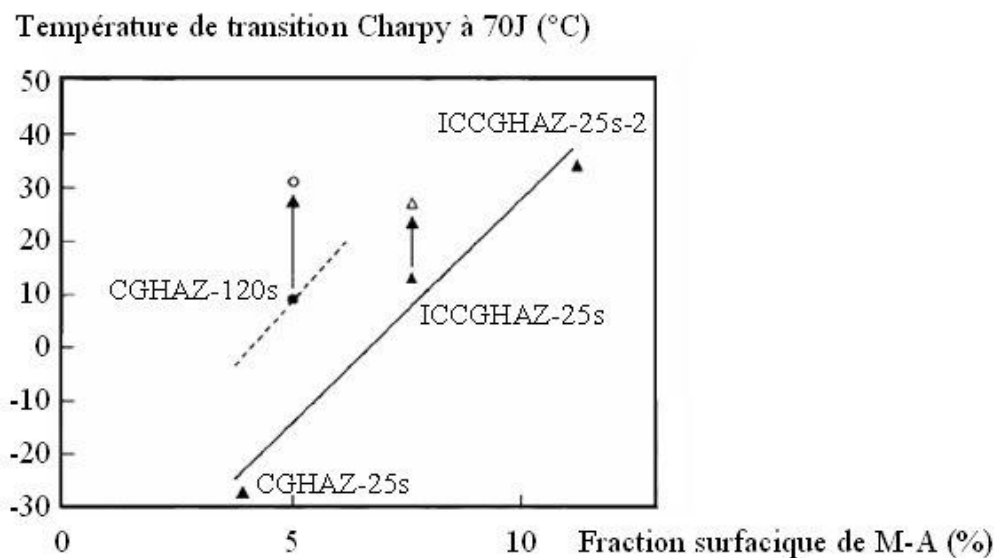


Figure III-6 : Effet de la microstructure de ZAT simulée sur la température de transition Charpy à 70J. La ligne continue relie les microstructures de matrice bainitique (relativement fines) analogues, la ligne discontinue signale une matrice bainitique plus grossière. Les flèches indiquent l'effet du traitement à -196°C. D'après [J6].

Dans le modèle, la contrainte locale subie par les composés M-A a été évaluée par le calcul micromécanique de cellules élémentaires, en postulant un comportement élastoplastique pour la matrice (celui du matériau) et un comportement élastique pour les composés M-A, avec des propriétés élastiques homogènes et isotropes. On obtient alors :

$$\sigma_{M-A} = \sigma_I + 1.8 \cdot (\sigma_{eq} - \sigma_y), \quad (III-1)$$

où σ_I est la contrainte principale maximale locale, σ_{eq} est la contrainte équivalente de von Mises locale et σ_y est la limite d'élasticité de la matrice.

La rupture des composés M-A étant, en fait, en compétition avec la décohésion des interfaces M-A/matrice (traitée par l'approche classique de la rupture ductile), on utilise l'expertise d'éprouvettes de différentes géométries et testées à différentes températures pour déterminer une première valeur de σ_{M-A}^c égale à 2200 MPa, finalement ajustée à 2112 MPa dans le modèle à double barrière [J14]. La ténacité K_{Ia}^{pm} a été ajustée à 7,8 MPa $\sqrt{m}$.

Contribution des propriétés de la bainite à la rupture

Plus la matrice bainitique est grossière en termes de taille de paquets cristallographiques, plus la température de transition Charpy est élevée (Figure III-6), ce qui traduit le fait qu'une microfissure ayant traversé un paquet de la microstructure « grossière » est en moyenne plus longue qu'une microstructure ayant traversé un paquet de la microstructure « fine ». Le facteur d'intensité des contraintes qui en résulte est donc plus élevé et le franchissement du joint de paquets est plus facile. Par ailleurs, le nombre de plus en plus élevé d'arrêts de microfissures de clivage (à matrice identique) lorsque la température augmente incite à penser que la ténacité au franchissement des joints de paquets pourrait croître avec la température d'essai.

Le franchissement des joints de paquets n'est cependant pas totalement indépendant de la distribution des composés M-A, dans la mesure où la microstructure ICCGHAZ-25 contient de nombreux composés M-A le long des joints de forte désorientation, qui peuvent aider au franchissement de ces interfaces en facilitant un réamorçage de la microfissure de clivage (Figure III-7). Deux valeurs différentes de K_{Ia}^{mm} ont donc été ajustées : 22 MPa $\sqrt{m}$ pour CGHAZ-25 (à -160°C) et 18 MPa $\sqrt{m}$ pour ICCGHAZ-25 (à -135°C).

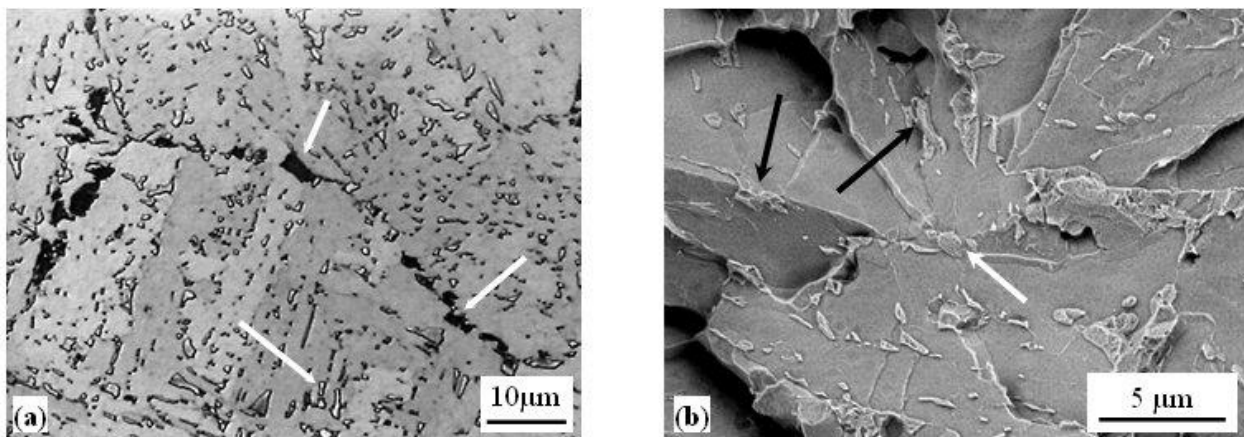


Figure III-7 : Effet de la répartition des composés M-A sur la rupture par clivage de la microstructure ICCGHAZ-25. (a) Distribution des composés M-A le long des joints de forte désorientation (microscopie optique, attaque au métabisulfite de sodium 1%). (b) Amorçage (flèche blanche) et propagation (flèches noires) d'une microfissure de clivage grâce aux composés M-A (éprouvette axisymétrique entaillée testée à -160°C, attaque Villela sur la surface de rupture). D'après [J14].

Résultats et limites de la modélisation

Le modèle reproduit d'une manière satisfaisante à la fois le premier franchissement d'une interface M-A / matrice par une fissure (rupture finale à basse température, premier événement détecté par émission acoustique à plus haute température) et la probabilité globale de rupture (Figure III-4). Contrairement aux modèles probabilistes classiques, les paramètres des distributions statistiques n'ont pas été ajustés sur les essais mécaniques mais directement sur les distributions expérimentales de tailles de particules et de paquets de bainite dans ces microstructures.

L'introduction d'une dépendance de K_{Ia}^{mm} envers la température, suggérée par l'expérience mais difficile à ajuster numériquement, permettrait d'améliorer les prédictions du modèle dans le domaine de la transition fragile-ductile. Mis à part une telle variation, l'hypothèse à notre avis la plus réductrice du modèle consiste à utiliser l'analyse de coupes métallographiques pour déterminer expérimentalement les distributions de tailles de composés M-A et de paquets de bainite.

Aspects 3D du lien entre microstructure et rupture par clivage

En examinant les pré-fissures de fatigue des éprouvettes utilisées pour le modèle à double barrière, on a montré que la morphologie 3D des composés M-A était non pas en particules isolées, mais le plus souvent en films semi-continus, ce qui est cohérent avec le mécanisme de leur formation (Chapitre I).

D'autre part, le libre parcours moyen d'une microfissure de clivage (donc la grandeur D du modèle) n'est pas le libre parcours moyen en ligne droite dans une coupe métallographique 2D, mais l'étendue d'un plan de clivage, pouvant éventuellement contourner une particule ou une zone « mal orientée », dans une microstructure 3D dont on a montré la complexité dans le Chapitre I. Une expérience simple a été réalisée pour mettre en évidence ce phénomène, sur les aciers 2,25Cr-1Mo et 9Ni de la Table III-1 [C9, C10]. Par simulation thermique Gleeble avec une température de pic élevée, on a volontairement créé des microstructures avec une taille de grains austénitiques de plusieurs centaines de micromètres et une microstructure martensitique (ou localement de bainite inférieure) qui paraît très fine sur les cartographies EBSD (mastère de Sylvain Pihan) [C9]. On a également créé une microstructure de bainite supérieure riche en composés M-A avec le dernier acier de la Table III-1 (DEA de Gaëlle Paillart) [C10].

L'étude fractographique d'éprouvettes Charpy possédant ces microstructures révèle sans surprise que les baquets de bainite supérieure se comportent comme des chemins élémentaires de fissuration en clivage : leur sous-structure en joints de faible désorientation gêne peu la propagation des fissures (Figure III-8a). Ce qui paraît plus étonnant est que les facettes de clivage des microstructures martensitiques atteignent facilement la taille de l'ancien grain d'austénite : autant la largeur des paquets cristallographiques, évaluée par EBSD, peut être micrométrique [C9], autant les facettes de clivage peuvent mesurer plusieurs centaines de micromètres [C10]. Ceci s'explique par le fait qu'un groupe de lattes apparaissant comme une barrière « mal orientée » en 2D peut en fait être contourné par la fissure de clivage sans que celle-ci ait à se réamorcer (absence de nouvelles rivières sur les fractographies). Il peut alors rompre par clivage dans un autre plan, ce qui limite les ligaments ductiles au strict minimum (Figure III-8b) et conduit à des valeurs de résilience très basses. Pour augmenter la résilience de telles microstructures, il faut impérativement réduire la probabilité d'amorçage de fissures, ce qui n'est possible que grâce à un traitement thermique de revenu [C9].

Les modèles micromécaniques tels que le modèle à deux barrières présenté ci-dessus ne pourront être améliorés que s'ils prennent en compte la morphologie en 3D des paquets cristallographiques. A cet égard, les paquets de bainite supérieure et les blocs de bainite inférieure et de martensite sont extrêmement différents (Chapitre I). En dernier ressort, le plus gros paquet peut facilement atteindre la taille de l'ancien grain austénitique (n'étant pas gêné dans sa croissance par les autres paquets non encore apparus). C'est ainsi que, pour les microtextures bainitiques et martensitiques actuellement disponibles, la taille des anciens grains austénitiques joue un rôle primordial sur les propriétés en clivage, ce qui n'est pas le cas de la ferrite aciculaire, la germination intragranulaire et la morphologie en plaquettes plus ou moins isolées y faisant quelque peu « oublier » le grain austénitique dans la microtexture finale.

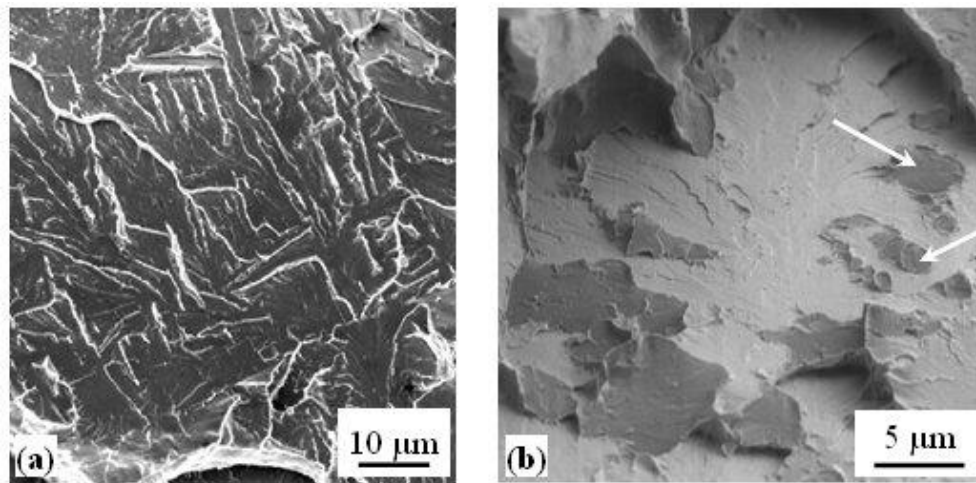


Figure III-8 : Effet de la microtexture sur la propagation de fissure par clivage lors d'un essai Charpy. (a) Propagation à peine perturbée dans un paquet de bainite supérieure (Acier « G. P. » de la Table III-1). (b) Propagation dans un paquet avec déviations locales après le contournement de paquets « mal orientés » par la fissure principale comme illustré par les flèches (acier 2,25Cr-1Mo de la Table III-1). D'après [C10].

III.1.2. Prédiction de la rupture fragile de joints soudés

La démarche que nous avons adoptée pour appliquer l'approche locale de la rupture aux assemblages soudés est la suivante (Figure III-9) :

1. Acquisition de données sur la rupture de joints soudés réels : bibliographie, expertise d'essais, identification des zones les plus sensibles (Figure III-9a).
2. Choix d'une représentation multi-matériaux du joint soudé et reproduction des zones sensibles par cycle thermique, voire de leurs voisines, pour caractérisation d'un volume de matière approprié aux essais mécaniques.
3. Caractérisation mécanique des zones sensibles et des différent(e)s matériaux ou microstructures choisi(e)s pour modéliser le joint soudé (Figure III-9b).
4. Simulation numérique du comportement du joint soudé, confrontation avec des expériences bien choisies (Figure III-9c).

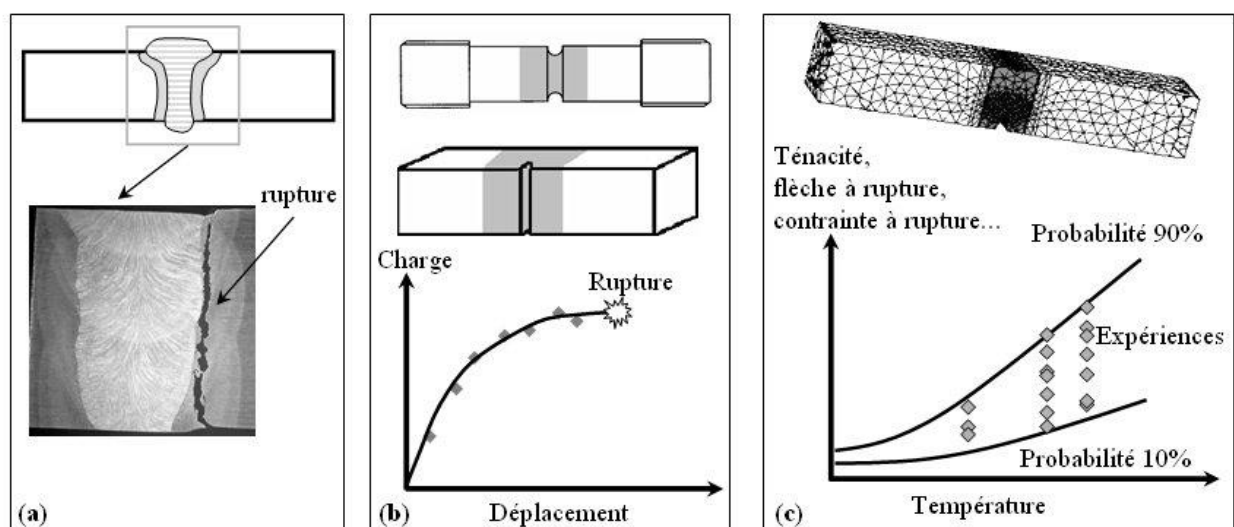


Figure III-9 : Application de l'approche locale de la rupture aux joints soudés. Dans l'exemple schématisé ici, le point faible de l'assemblage se situe dans la ZAT. (a) Identification de la zone critique et des différents constituants du joint par des essais sur joint soudé réel ; (b) essais sur microstructures représentatives des différentes zones du joint soudé ; (c) simulation numérique du comportement du joint soudé et confrontation avec l'expérience.

Les deux thèses de Luc Lam Thanh et Anne-Sophie Bilat ont utilisé cette approche sur deux aciers très différents : un acier A42 de limite d'élasticité inférieure à 400 MPa [C7] et un acier à très haute limite d'élasticité (grade API X100 : au moins 690 MPa). Le premier acier est typique d'un parc de gazoducs anciens, avec une teneur en soufre encore relativement élevée (Table III-3) et une microstructure ferrito-perlitique en métal de base, tandis que le deuxième, ferrito-bainitique, est encore en développement en vue d'être utilisé sur des conduites de gaz terrestres.

Table III-3 : Composition chimique pondérale et propriétés de base des deux aciers pour gazoducs étudiés par L. Lam Thanh et A.-S. Bilat.

Acier	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu	Nb	dureté	diamètre extérieur	épaisseur
A42	0,14	0,67	0,18	0,012	0,010	0,01	0,01	-	-	-	-	157 HV _{0,1}	500 mm	10 mm
X100	0,06	1,97	0,31	0,001	0,009	0,02	0,25	0,31	0,018	0,02	0,047	300 HV _{0,2}	914 mm	20,6 mm

Les deux types de tubes sont roulés-soudés, puis les tronçons d'une longueur unitaire d'environ 12,5 m sont assemblés sur chantier par des soudures de raboutage. Les deux thèses ont été consacrées à l'amorçage, voire à la propagation d'une fissure fragile au niveau des soudures de raboutage. Par des essais de flexion sur joint soudé, on a montré que dans les deux cas la zone la plus critique vis-à-vis de la rupture fragile est la ZAT à gros grains. C'est donc dans cette zone que l'on a développé l'approche locale de la rupture. Pour l'acier X100, l'étude détaillée de la microstructure de la ZAT à gros grains en fonction de la localisation spatiale par rapport aux différentes passes a montré une densité plus élevée en composés M-A dans les zones partiellement réausténitisées (ICCGHAZ). Suite à la thèse d'Astrid Lambert-Perlade, ce sont ces zones particulières que nous avons choisi de modéliser pour garder une approche aussi conservative que possible.

La microstructure de la zone critique a été reproduite par des cycles thermiques sur la machine Gleeble 1500 du Centre des Matériaux, en ajustant les températures de pic et les critères de refroidissement $\Delta t^{8/5}$ entre 800 et 500°C grâce à un modèle thermique analytique simple [Rykaline 1957]. Les paramètres de ce modèle ont été ajustés sur des mesures réalisées lors d'un soudage instrumenté, respectivement chez Gaz de France et Serimer Dasa, dans des conditions de soudage identiques à celles utilisées pour les joints de chaque étude. Le cahier des charges de la simulation thermique (Table III-4) a été satisfait en quelques itérations (typiquement moins de 10) de simulations thermiques suivies d'analyses métallographiques.

Les différentes éprouvettes de métal de base ont été prélevées directement dans le tube. Les éprouvettes de métal fondu ont été prélevées dans le joint soudé lorsque l'épaisseur de celui-ci le permettait (acier X100) et, dans le cas contraire, dans des moules réalisés avec les mêmes paramètres de soudage et le même métal d'apport que pour les joints soudés réels (acier A42).

Deux effets du soudage conditionnent la sensibilité d'un assemblage soudé à la rupture par clivage. Le premier est un effet « métallurgique » : la ténacité « intrinsèque » dans les différentes zones du joint est affectée par le cycle thermique de soudage qui a perturbé localement la microstructure. Le deuxième effet est « mécanique », induit par les changements métallurgiques : outre la possibilité d'introduction de contraintes résiduelles que nous n'aborderons pas ici, l'hétérogénéité des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance, voire anisotropie) peut induire localement, en particulier dans la zone métallurgique « critique », un état de contraintes complexes et triaxial et des valeurs de contraintes élevées pouvant affecter les propriétés à rupture de l'assemblage. Une telle hétérogénéité de propriétés est généralement appelée « mismatch ». Elle est couramment mesurée par dureté ou par traction simple sur les joints réels. Le métal fondu est généralement plus dur de 10% environ que le métal de base.

Dans les aciers de type A42, l'ensemble de la ZAT est également plus dur que le métal de base. Dans le joint soudé X100 étudié, la ZAT critique est séparée du métal de base par la ZAT à grains fins qui, pour ces aciers à haute limite d'élasticité, est moins dure que le reste du joint soudé (245 HV_{0,2} contre 300 pour le métal de

base). Cette ZAT à grains fins, bien plus étendue que la zone critique à gros grains, doit donc a priori être prise en compte dans la modélisation. Elle a donc également été reproduite par traitement thermique sur la machine Gleeble ($T_p = 900^\circ\text{C}$, $\Delta t^{8/5} = 6\text{s}$) et caractérisée mécaniquement afin d'introduire son comportement mécanique dans le modèle de l'assemblage soudé.

Table III-4 : Propriétés métallurgiques et mécaniques des ZAT réelles et simulées dans les aciers pour gazoducs étudiés par L. Lam Thanh et A.-S. Bilat.

Acier	A42 (L. Lam Thanh)	X100 (A.-S. Bilat)
Procédé de soudage	Manuel à l'arc	MIG automatique bitorche
Energie de soudage	$\sim 1,5 \text{ kJ/mm}$	$\sim 0,3 \text{ kJ/mm}$
Premier ajustement du modèle thermique	Dépouillement d'essais de soudage instrumenté	Dépouillement d'essais de soudage instrumenté
Cycles thermiques finalisés	$T_{p1} = 1300^\circ\text{C}$ $\Delta t^{8/5} = 5\text{s}$ (homogénéisation), puis $T_{p2} = 1250^\circ\text{C}$ $\Delta t^{8/5} = 15\text{s}$	$T_{p1} = 1250^\circ\text{C}$ $\Delta t^{8/5} = 6\text{s}$ (bainite), puis $T_{p2} = 775^\circ\text{C}$ $\Delta t^{8/5} = 6 \text{ s}$ (M-A)
Taille de grain austénitique	$120 \mu\text{m}$	$30 \mu\text{m}$
Matrice	Bainite supérieure + ferrite primaire aux anciens joints austénitiques + perlite dégénérée	Bainite supérieure
Secondes phases	MnS allongés selon l'axe du tube	M-A, y compris aux anciens joints de grains austénitiques ; Ti(C,N).
Dureté : métal de base / CGHAZ / métal fondu	157 / 179 / 185 HV _{0,1}	300 / 280 / 317 HV _{0,2}
Validation de la zone critique	Flexion 4 points sur joint soudé à -196°C , essais Charpy sur métal de base, métal fondu et ZAT simulée	Essais Charpy (flexion lente ou dynamique) sur joint soudé à différentes températures

Approche locale de la rupture de la soudure de raboutage en acier A42

La ZAT critique de l'acier A42 ne rompt par clivage lors d'essais quasi-statiques de flexion (non dynamiques comme l'est l'essai Charpy) qu'à très basse température (-196°C). C'est donc à cette température qu'ont été menées les simulations numériques. Pour des déformations supérieures à 5%, les fissures s'amorcent à la suite d'un endommagement sur les MnS allongés par le laminage. A plus faible déformation, on ne parvient pas à identifier de particule à l'origine du clivage.

L'hétérogénéité du comportement mécanique (en dehors des mécanismes d'endommagement) diminue fortement dans ce joint soudé avec la température d'essai (Figure III-10a) et disparaît au-dessous de -140°C environ. En conditions dynamiques, on constate le même effet dès -60°C , c'est-à-dire dans le bas de la transition fragile-ductile (Figure III-10b,c). L'effet de « mismatch » couramment pris en compte dans les codes d'estimation d'acceptabilité de défauts, à partir de propriétés mécaniques à la température ambiante et en conditions non dynamiques, doit donc être considéré avec précaution dès que l'estimation porte sur des températures plus basses ou des vitesses de sollicitation plus élevées.

La seule différence entre métal de base, métal fondu et ZAT simulée à -196°C est donc le critère de rupture. L'approche locale par le modèle de Beremin [1983] donne des résultats satisfaisants par comparaison avec les données expérimentales d'essais de flexion quatre points sur joint soudé (Figure III-11). La simulation numérique d'essais de flexion trois points à -150 et -135°C (le montage de flexion trois points autorisant des flèches plus élevées que le montage de flexion quatre points, pour lequel on n'observe pas de rupture à ces températures dans la limite des flèches accessibles) ne prédit aucune rupture fragile (probabilité inférieure à 10%), ce qui concorde avec le fait que la rupture se produit par propagation stable d'une fissure par rupture ductile, avant une rupture finale fragile des éprouvettes.

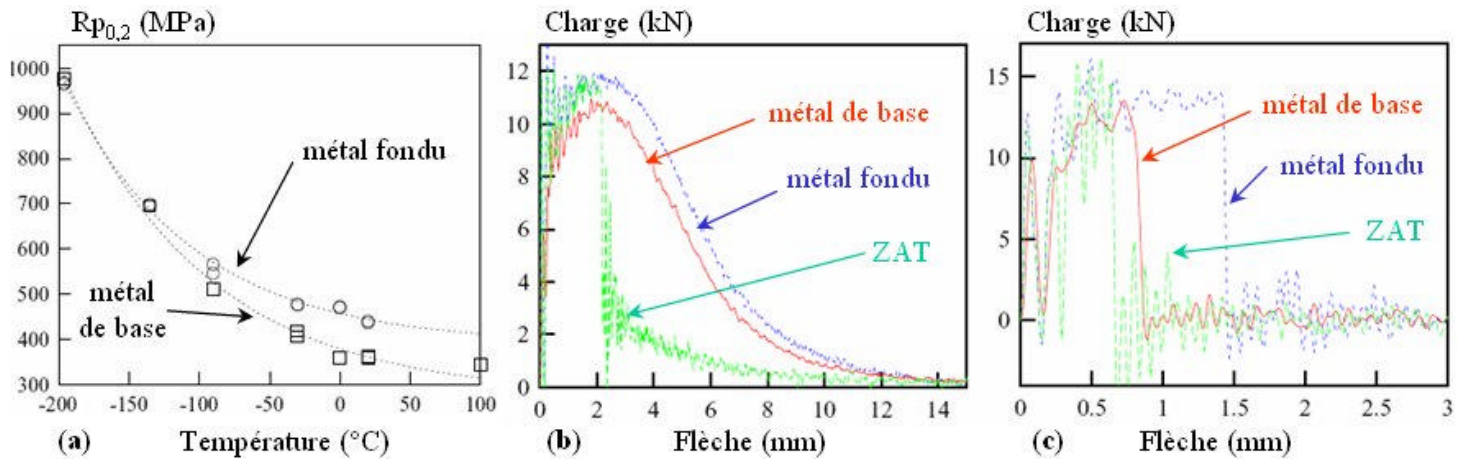


Figure III-10 : Hétérogénéité des propriétés d'un joint soudé d'acier A42 en fonction de la température et du type d'essai mécanique : (a) traction simple : limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0.2}$ à $5.10^{-4} s^{-1}$; (b) essais Charpy instrumentés à 20°C ; (c) essais Charpy instrumentés à -60°C, d'après [C7].

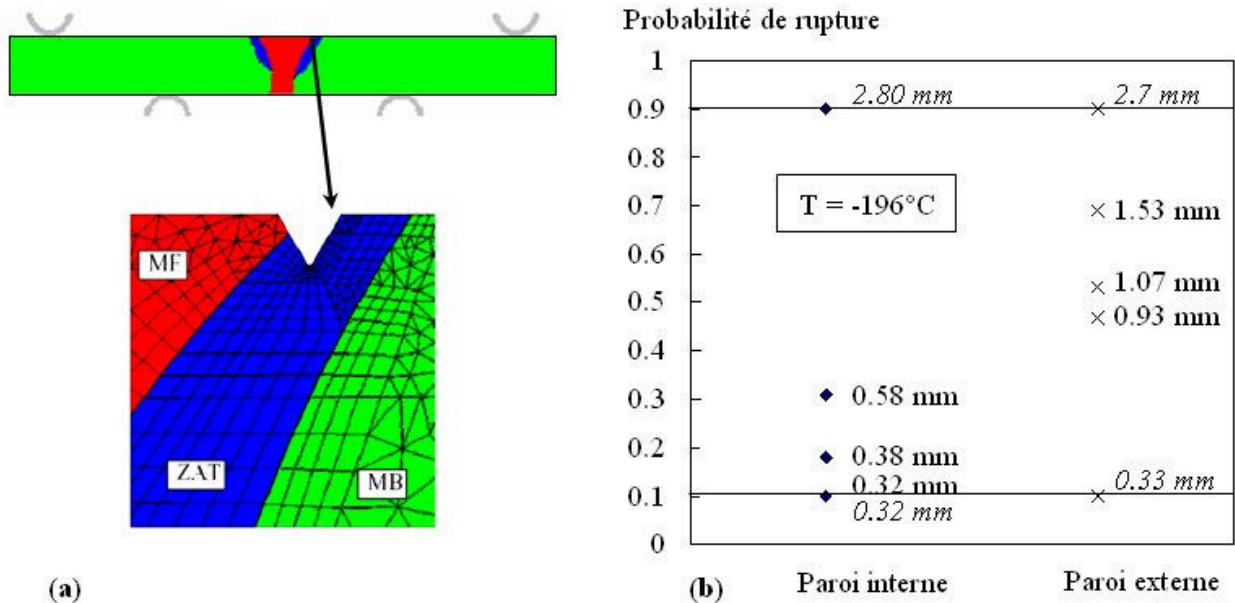


Figure III-11 : Validation du modèle de Beremin par comparaison avec des essais de flexion quatre points sur barreaux prélevés dans le joint soudé et entaillés en ZAT (rayon d'entaille 50 μm). (a) Géométrie des éprouvettes et maillage au voisinage de l'entaille. (b) Pour deux placements d'entaille différents, encadrement des données expérimentales (flèches à rupture en caractères droits) par les probabilités de rupture à 10 et 90% prédites par le modèle (flèches à rupture en italiques), en fonction de la position de l'entaille. D'après la thèse de Luc Lam Thanh [2003].

A partir des paramètres ainsi identifiés et validés (Figure III-11b), une étude numérique paramétrique de l'effet du « mismatch », M (rapport entre les limites d'élasticité du métal fondu et de la CGHAZ, et non entre celles du métal fondu et du métal de base généralement utilisé dans les codes), a permis d'établir des abaques utilisables pour prédire quantitativement l'impact du comportement mécanique relatif des différentes zones du joint soudé sur le chargement local en flexion trois points. Ces abaques permettent aussi de déterminer le paramètre de rupture (σ_w / σ_u) du modèle de Beremin en fonction de M et du rapport L_r entre le chargement appliqué et le chargement limite de l'éprouvette. Rappelons que la probabilité de rupture, P_f , est alors donnée par l'équation suivante :

$$P_f = 1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma_W}{\sigma_u} \right)^m \right) \quad [\text{Beremin 1983}] \quad (\text{III-2})$$

Un exemple d'un tel abaque est donné sur la Figure III-12.

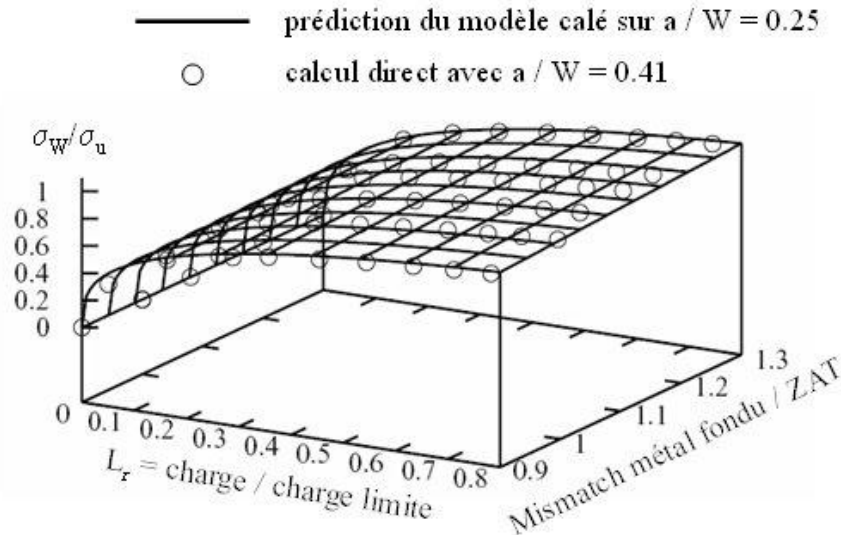


Figure III-12 : Calcul des paramètres de rupture en fonction du chargement rapporté au chargement limite, L_r , et du rapport M de la limite d'élasticité du métal fondu par rapport à celle de la ZAT pour $a/W = 0,41$, d'après la thèse de L. Lam Thanh [2003].

Approche locale de la rupture de la soudure de raboutage en acier X100

Dans le cas de l'assemblage en acier X100, les deux particularités de l'hétérogénéité de comportement sont les suivantes :

- la présence de la ZAT à grains fins, a priori non critique mais moins dure que la ZAT critique et dont la présence influence le chargement mécanique local dans la ZAT critique ;
- l'hétérogénéité d'anisotropie plastique entre les différents constituants de l'assemblage : alors que les deux ZAT présentent un comportement isotrope, le métal de base et le métal fondu sont tous deux anisotropes (par exemple, lors d'un essai de traction selon l'axe du tube, le métal de base se déforme près de deux fois plus selon l'épaisseur du tube que selon la direction tangentielle). Ce phénomène entraîne une modification de la triaxialité des contraintes locales et, partant de là, de la contrainte principale maximale locale et de la probabilité de rupture. Sa prise en compte complique la modélisation en impliquant l'utilisation d'un modèle de comportement plus sophistiqué et des calculs souvent en 3D.

La campagne expérimentale nécessaire pour identifier les modèles de comportement des quatre constituants de l'assemblage (métal de base, ZAT à grains fins, ZAT à gros grains et métal fondu) est très lourde. La Figure III-13 illustre le prélèvement des éprouvettes utilisées dans cette étude. Une des difficultés est de disposer de suffisamment de joint soudé pour réaliser les essais de caractérisation du métal fondu et de validation sur le joint, en plus des essais Charpy qui ont servi en l'occurrence à choisir cet assemblage particulier pour l'essentiel de l'étude.

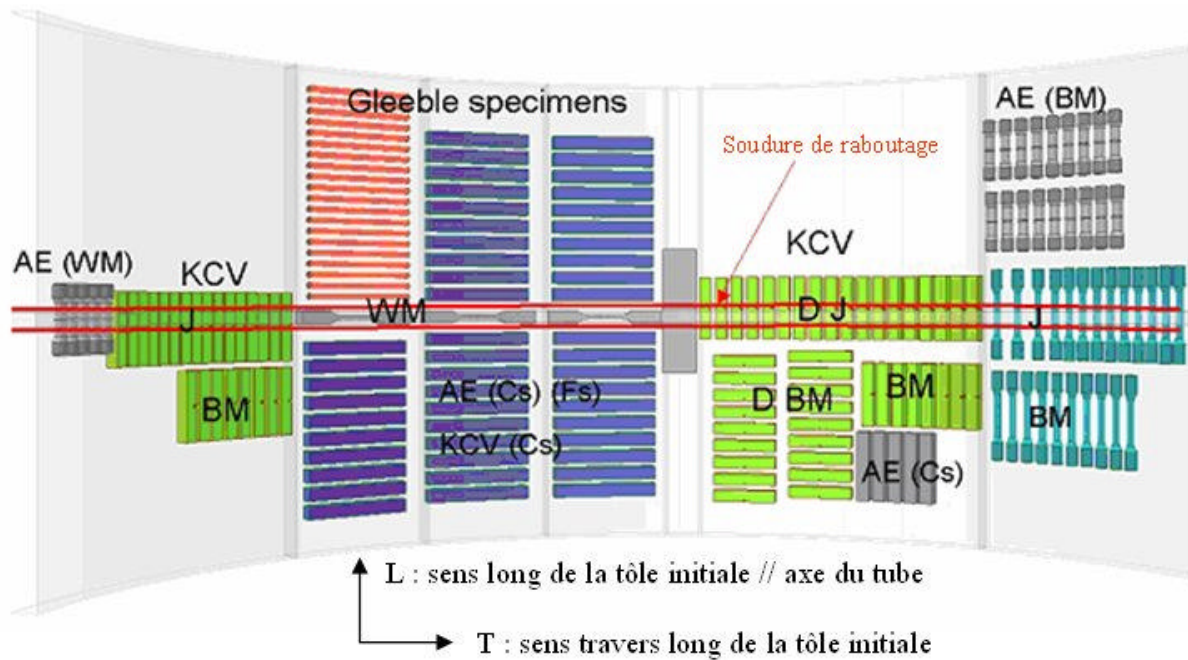


Figure III-13 : Prélèvement des ébauches d'éprouvettes de caractérisation et de validation du modèle sur le joint soudé en acier X100. AE : éprouvettes axisymétriques entaillées ; KCV : éprouvettes de flexion trois points lente (KCV J) ou dynamique de type Charpy (KCV DJ). Les éprouvettes MB, WM, Fs, Cs et J sont utilisées pour caractériser respectivement le métal de base, le métal fondu, la ZAT à grains fins simulée, la ZAT à gros grains simulée et l'assemblage soudé. D'après [C13]. On a utilisé une demi-soudure de rabotage soit environ 1400 mm linéaires de joint soudé.

Quatre températures de référence ont été sélectionnées d'après les résultats d'essais mécaniques (modes de rupture des éprouvettes) et les températures d'utilisation visées : +20°C, -20°C, -40°C et -80°C. Seuls la limite d'élasticité et les paramètres d'écrouissage ont été supposés dépendre de la température. L'anisotropie plastique a été supposée indépendante de la température. L'identification des paramètres du modèle a été effectuée dans l'ordre suivant :

1. sur le métal de base (éprouvettes de microstructure homogène) ;
2. sur la ZAT à grains fins simulée, en prenant en compte le fait que cette microstructure ne s'étend que sur 6 mm le long des barreaux traités avec la machine Gleeble ; le reste de chaque éprouvette est supposé constitué de métal de base dont le comportement est déjà identifié à l'étape précédente ;
3. sur la ZAT à gros grains ; pour la même raison, on maille une certaine étendue de ZAT à grains fins simulée autour de la ZAT à gros grains (étendue déterminée par dureté après traitement Gleeble), entourée elle-même de métal de base ;
4. enfin sur le métal fondu, en utilisant à la fois les essais parallèles au joint soudé et ceux sur éprouvettes perpendiculaires au joint et entaillées dans le métal fondu.

Seule l'identification des paramètres relatifs à la ZAT à gros grains simulée peut être totalement menée par calculs en 2D (le métal de base reste élastique sur les éprouvettes concernées et les propriétés matériau à considérer sont donc isotropes). Les autres calculs ont été réalisés en 2D pour une première identification, puis en 3D pour affiner l'ajustement des paramètres du modèle.

Le modèle reproduit très bien l'ensemble des courbes charge-déplacement ainsi que l'anisotropie de la déformation plastique (coefficients de Lankford). Il reproduit également d'une manière satisfaisante le comportement macroscopique des éprouvettes prélevées perpendiculairement au joint soudé (Figure III-14). Une taille de maille de 300 μm est suffisante, à ce stade, pour assurer la convergence des calculs vis-à-vis de ce paramètre.

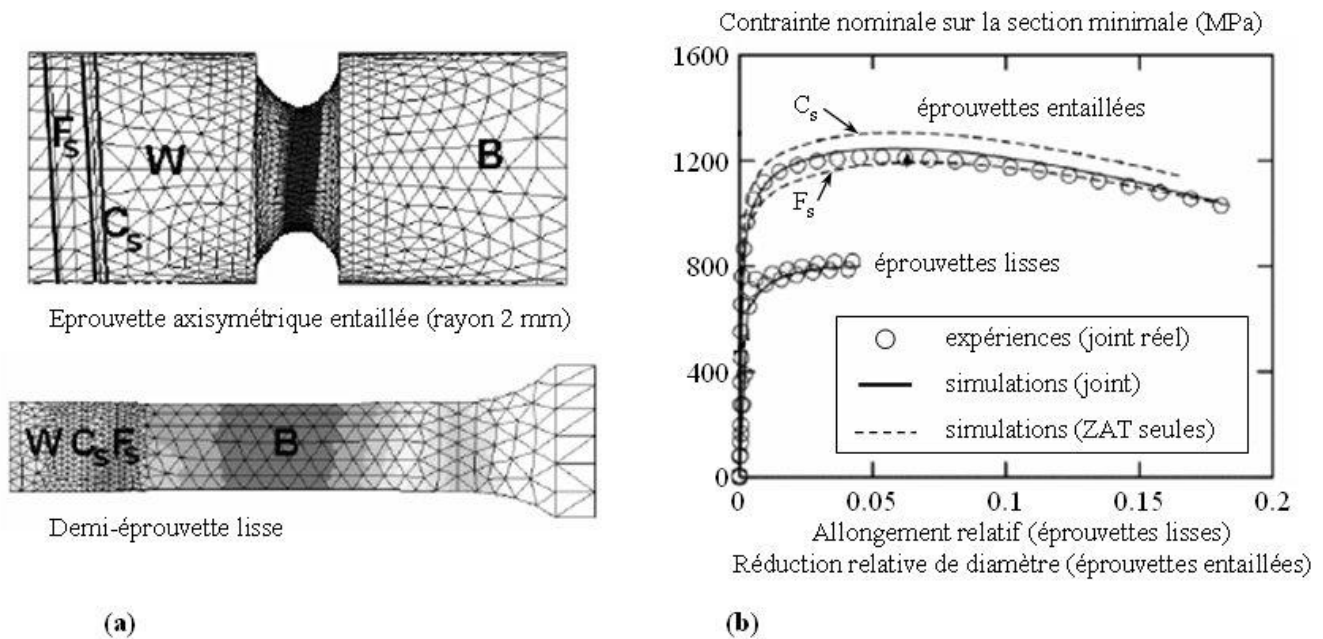


Figure III-14 : Calcul par éléments finis d'une éprouvette axisymétrique entaillée et d'une éprouvette lisse prélevées dans le joint soudé réel, à l'aide du modèle identifié sur les quatre constituants du joint soudé. (a) Maillages tridimensionnels utilisés ; (b) courbes macroscopiques correspondantes. D'après la thèse d'A.-S. Bilat [2007].

La surface de rupture de la plupart des éprouvettes présente une première fissure ductile, suivie, si cette fissure ductile est assez proche de la ZAT à gros grains et que les secondes phases s'y prêtent (voir ci-dessous), par une rupture fragile du reste de l'éprouvette prélevée dans le joint soudé. L'interruption d'un essai de flexion trois points avec entaille en ZAT à gros grains simulée, au maximum de la courbe charge-déplacement, suivie par une rupture par fatigue, a révélé des facettes de clivage arrêtées (Figure III-15a). L'une d'entre elles a pu être analysée par EBSD malgré le relief marqué, en travaillant en mode manuel à cause de l'ombrage important sur les clichés (Figure III-15b). La fissure s'est propagée dans des cristaux appartenant à la même zone de Bain de l'ancien grain d'austénite, puis à des cristaux légèrement désorientés (Figure III-15c,d). Les joints de désorientation relativement élevée induisent une déviation de la fissure (Figure III-15e). Il en est de même, à une échelle plus fine, des désorientations à l'intérieur de ce qui semble être un unique paquet de bainite supérieure (Figure III-15f).

Contrairement à ce qui a été observé sur la microstructure étudiée par Astrid Lambert-Perlade, l'amorçage des fissures de clivage sur cette facette n'a pas eu lieu sur un composé M-A mais sur un carbonitride de titane (structure NaCl indexée comme cubique à faces centrées en EBSD), en relation d'orientation proche de celle de Baker-Nutting avec la bainite environnante. La rupture de cette particule semble s'être propagée aisément à la matrice (Figure III-16). Ce phénomène a été fréquemment observé dans les éprouvettes rompues par clivage, avec ou sans propagation préalable d'une fissure par rupture ductile. Les secondes phases les plus actives sont ici les carbonitrides de titane et les sulfures de calcium.

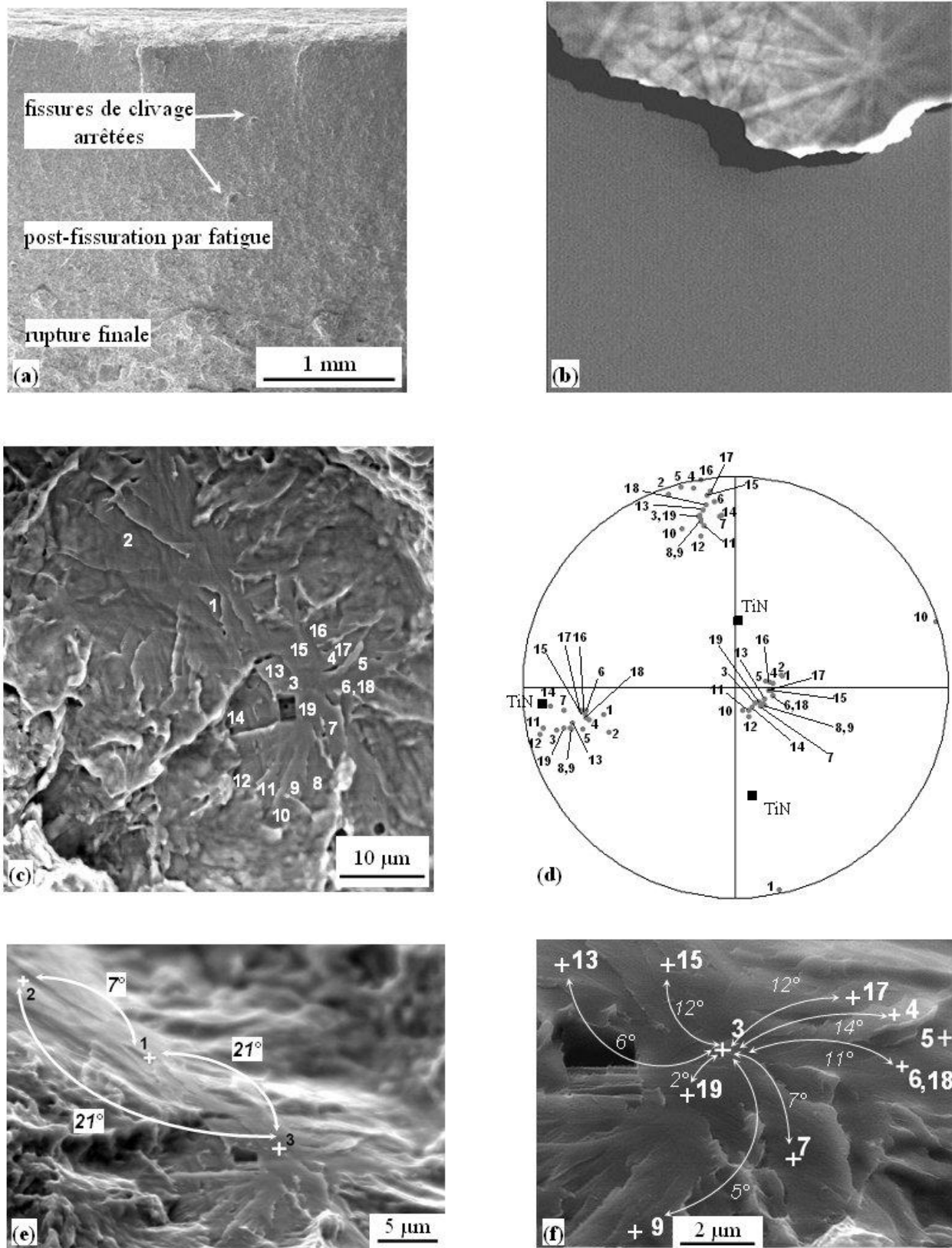


Figure III-15 : Analyse par EBSD d'une des deux facettes de clivage arrêtées observées après interruption d'un essai de flexion trois points à -20°C en ZAT à gros grains simulée d'acier X100. (a) Vue générale avec les facettes de clivage arrêtées ; (b) cliché EBSD typique obtenu sur la facette ; (c) repérage des points d'analyse ; (d) figure de pôles $\{100\}$ correspondante ; (e) déviation des facettes aux joints de relativement forte désorientation ; (f) désorientations locales entre portions de lattes nées sans doute d'un même paquet de bainite et séparées sur la fractographie par des rivières de clivage. D'après la thèse d'A.-S. Bilat [2007].

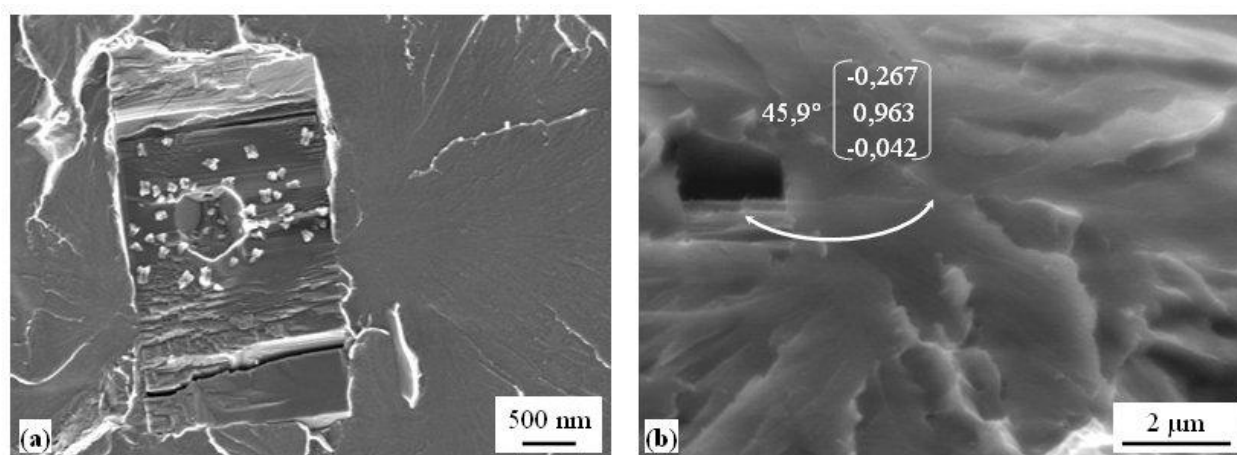


Figure III-16 : Vue du carbonitrure de titane responsable de l'amorçage local du clivage ; (a) image correspondante, à plat ; (b) relation d'orientation proche de celle de Baker-Nutting entre cette particule et la matrice environnante (échantillon incliné de 70° par rapport à l'axe horizontal de l'image pour l'analyse EBSD). D'après la thèse d'A.-S. Bilat [2007].

La finesse des maillages et la nécessité d'effectuer les calculs en trois dimensions ne permettent pas d'identifier un modèle de fissuration par déchirure ductile, alors qu'une avancée ductile précédant la rupture par clivage est le plus souvent constatée pour les températures étudiées. On a donc choisi une formulation simple pour le critère de rupture (le modèle de Beremin n'étant pas applicable ici). Comme le critère est calculé en post-traitement, un seul calcul par éléments finis de chaque éprouvette est nécessaire, cette fois-ci avec des maillages fins (taille de maille 30 μm). Le critère postule que lorsque le maximum de la contrainte principale maximale locale, σ_1 , sur l'ensemble du maillage, noté σ_1 , dépasse une valeur critique σ_c , il y a rupture brutale de l'éprouvette. Le critère est identifié à l'aide de la déformation à rupture des éprouvettes axisymétriques entaillées, qui donne en retour (par le calcul) la valeur σ_1 correspondante. Seules les éprouvettes de ZAT à gros grains simulées ayant donné lieu à un amorçage fragile sont retenues et conduisent à une valeur de 2550 MPa pour σ_c . Cette valeur permet de prédire, à son tour, la rupture d'une éprouvette axisymétrique entaillée prélevée cette fois-ci dans le joint réel. Le calcul des éprouvettes de flexion entaillées en ZAT est en revanche très lourd (le maillage à lui seul « pèse » 6 Mo et le calcul avec 8 Go de mémoire vive prend une semaine). Du fait de l'avancée ductile, le critère de rupture est là encore trop conservatif (flèche à rupture prévue à 0,43 mm et observée à 1,8 mm à -80°C).

L'approche locale de la rupture fragile des assemblages soudés requiert des moyens expérimentaux et numériques lourds et coûteux. Les résultats des campagnes expérimentales menées au cours des deux thèses de L. Lam Thanh et A.-S. Bilat sont encore loin d'être tous modélisables avec les moyens actuellement disponibles, sauf à avoir recours à des techniques de remaillage encore en développement pour ce type de calculs, même sur matériau « homogène ». Dans ces deux études, nous avons choisi pour la modélisation une méthode plus pragmatique que la représentation fine des mécanismes de rupture (encore insuffisamment accessible pour nos partenaires industriels) et plus fine que les méthodes dites « simplifiées », utilisées dans les codes d'acceptabilité des défauts, qui sont très pénalisantes. Nous espérons qu'une telle approche intéressera à l'avenir non seulement les industriels gaziers mais aussi les innombrables utilisateurs de structures métalliques soudées, par exemple dans les secteurs de la production d'énergie, de la construction mécanique et des transports.

III.2. Rupture ductile ou semi-ductile de matériaux multiphasés

Deux études ont porté sur la prédiction de la rupture ductile dans des alliages métalliques. Dans les deux cas, la caractérisation fine de la microstructure permet d'analyser, voire de modifier le comportement mécanique des alliages étudiés.

III.2.1. Rupture d'un alliage d'aluminium 6056 (J19, C6)

Les tôles minces utilisées dans l'industrie aéronautique et le secteur automobile doivent résister, entre autres, à la propagation de fissure par déchirure ductile. Il est connu que la ténacité de ces matériaux (alliages légers, aciers ou autres alliages métalliques) dépend étroitement de l'épaisseur de la tôle testée (voir par exemple [Pardoen et coll. 1999, Rivalin et coll. 2000]). On peut trouver deux modes de rupture ductile : à plat (ou en cône et coupelle) et en biseau (résultant d'une forte localisation de la déformation). La ténacité a tendance à augmenter avec l'épaisseur des éprouvettes pour les faibles épaisseurs et à décroître lorsque l'épaisseur augmente pour les épaisseurs plus élevées. Deux phénomènes entrent en effet en compétition lorsque l'épaisseur des éprouvettes, et donc la triaxialité des contraintes à cœur augmente :

- la croissance des cavités est favorisée, ce qui a tendance à accélérer la déchirure ductile ;
- la déformation a tendance à moins se localiser, ce qui force un volume de matière plus important à s'endommager avant la rupture finale.

Dans la thèse d'Alexandra Asserin-Lebert, nous avons exploré l'effet d'épaisseur en jouant sur deux familles de paramètres :

- la géométrie des éprouvettes (fût lisse ou entaillé, épaisseur obtenue par usinage des deux faces à partir de la tôle d'origine) ;
- la capacité d'écrouissage du matériau, que l'on a fait varier à l'aide d'un traitement thermique défini pour cet usage.

Le matériau de base est une tôle d'Alliage 6056 traité T78 (résistant à la corrosion sous contrainte et ne nécessitant donc pas de placage), d'épaisseur 6 mm et de dureté 155 HV₁₀. Il contient comme secondes phases des particules Al(Fe,Mn)Si grossières (taille ~ 10 µm, fraction volumique 0,49%), des dispersoïdes contenant Mn et Si (taille ~ 100 nm, fraction volumique 0,9%), de fines phases durcissantes incohérentes et une très faible porosité initiale. Du point de vue des propriétés d'usage, les phases grossières et les dispersoïdes influencent la germination des cavités d'endommagement ductile, tandis que les phases durcissantes affectent l'écoulement plastique.

Le traitement thermique avait pour objectif de modifier l'état de la précipitation durcissante, donc l'écrouissage et, si possible, le mode de rupture (passage d'une rupture en biseau à une rupture à plat) en modifiant le moins possible les phases à l'origine de l'endommagement ductile (phases grossières et dispersoïdes). Un sur-revenu vers 250°C étant insuffisant, une remise en solution à 550°C pendant 30 minutes suivie d'un refroidissement contrôlé a été choisi et appliqué aux éprouvettes. La dureté obtenue est de 50 HV₁₀ pour les trois épaisseurs d'éprouvettes utilisées (1,4 mm, 3,2 mm et 6 mm). L'adoucissement de l'alliage est obtenu en remplaçant les fines phases durcissantes par des précipités moins durcissants.

L'analyse systématique des modes de rupture et des surfaces de rupture des éprouvettes, complétée par l'observation de sections polies, ont permis d'identifier le rôle des différentes phases dans les mécanismes de rupture microscopiques et le mode de rupture macroscopique (à plat ou en biseau). Trois types de cavités ont été identifiés (Figure III-17) puis reliés aux modes de rupture macroscopique (Table III-5) et aux différentes géométries d'éprouvettes (Table III-6).

Table III-5 : Lien entre mode de rupture macroscopique et mécanismes de rupture à l'échelle microscopique, d'après [J19].

Mode de rupture	Type de cavités
« T » : à plat (triangle d'amorçage des fissures sur éprouvettes entaillées)	Type I. Coalescence par striction interne pour l'état T78 et également par quelques cavités de type II pour le matériau retraité thermiquement
« P » : à plat (reste du faciès de rupture)	Type I avec moins de croissance des cavités que dans le cas précédent, coalescence via des cavités de type II
« B » : en biseau	Type I avec très peu de croissance + type II et type III avec coalescence par striction interne

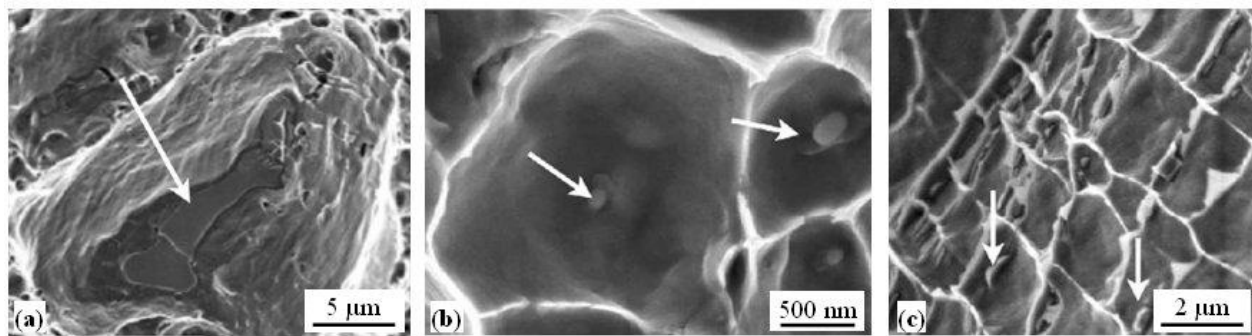


Figure III-17 : Les trois types de cavités observés sur les surfaces de rupture ductile d'éprouvettes en alliage d'aluminium 6056. Les particules à l'origine de certaines cavités sont repérées par des flèches.

(a) Type I : cavités souvent grosses, germées à partir des phases grossières ;

(b) Type II : cavités plus petites ($\sim \mu\text{m}$) germées à partir des dispersoïdes et des précipités de taille équivalente (100 à 200 nm) ;

(c) Type III : petites cupules alignées parallèlement aux joints de grains de l'alliage.

D'après [J19].

Table III-6 : Lien entre géométrie d'éprouvette, état métallurgique et mode de rupture macroscopique d'éprouvettes d'alliage d'aluminium 6056, d'après [J19].

EUx : éprouvette de traction à double entaille en U de rayon x mm ; Kahn : éprouvette de traction à une seule entaille, la pointe de l'entaille étant dans l'axe du chargement, utilisée pour étudier la propagation stable de fissure ; T, P, B sont définis par la Table III-5. Lorsqu'un seul mode de rupture est indiqué, il vaut pour les deux états métallurgiques.

T78 / retraitement	Eprouvettes	EU2	EU1	EU0,5	Kahn
Epaisseur (mm)	lisses				
1,4	B	B	B	T + B	T + B
3,2	B	B	T + B	T + B / T + B + P	T + B / T + P + B
6,0	P	P	T + B + P / P	T + B / T + P	T + B / T + P

Tant qu'aucun endommagement n'est détecté, l'épaisseur de l'éprouvette de traction joue peu sur la courbe charge-déplacement, pour peu que l'on normalise la charge par la section nette initiale et par la résistance à la rupture en traction (Figure III-18). L'augmentation de l'épaisseur retarde l'endommagement et la rupture finale. Plus l'épaisseur de l'éprouvette est élevée, plus la charge maximale et l'allongement à rupture (ou l'ouverture d'entaille à rupture pour les éprouvettes entaillées) sont élevés. L'effet est encore plus important sur la propagation stable de fissure lors des essais Kahn (Figure III-18b) : le taux de dissipation d'énergie par avancée unitaire de la fissure (calculé en propagation stationnaire à l'aide de la mesure de la charge et du suivi in situ de la longueur de fissure par méthode optique) suit une courbe « en cloche » pour le matériau T78, avec dans tous les cas une rupture en biseau, comme observé classiquement dans la littérature. On retrouve ici la compétition entre croissance uniforme des cavités et localisation de la déformation. La ténacité du matériau retraité thermiquement augmente continûment avec l'épaisseur des éprouvettes, ce qui s'accompagne d'un changement de mode de rupture. Pour les épaisseurs les plus élevées, ce matériau « mou » possède une résistance intrinsèque à la propagation de fissure plus élevée que son homologue T78 qui est pourtant deux fois plus dur ! La plus grande capacité d'écrouissage du matériau retraité thermiquement tend à la fois à retarder la croissance et la coalescence des cavités et à augmenter la stabilité mécanique des éprouvettes face à une localisation de la déformation à l'échelle macroscopique.

En termes de modélisation, il est indispensable d'utiliser un modèle complexe intégrant l'anisotropie de l'écoulement plastique (ces tôles se déformant préférentiellement dans l'épaisseur) et le développement de la

porosité par germination, croissance et coalescence de cavités. Les principaux éléments du modèle utilisé sont les suivants :

- une loi d'écoulement élastoplastique dérivée du modèle anisotrope de Bron et Besson [2006], qui permet de décrire correctement l'anisotropie en résistance et en déformation pour les différentes géométries d'éprouvettes ;
- un potentiel d'écoulement de Rousselier [1987] pour décrire l'adoucissement lié à la cavitation, couplé avec la loi d'écoulement précédente ;
- un critère de localisation (calculé en post-traitement) sous la forme de l'indicateur de Rice [Rice 1976], qui consiste à calculer en tout point, pour toute orientation $\mathbf{n}$ de la normale potentielle à une bande de localisation, la valeur minimale du déterminant de $\mathbf{n}:\mathbf{L}:\mathbf{n}$ où $\mathbf{L}$ est la matrice tangente élastoplastique. Dès que cette quantité devient négative quelque part, une localisation en bande de la déformation est possible au sens de cet indicateur.

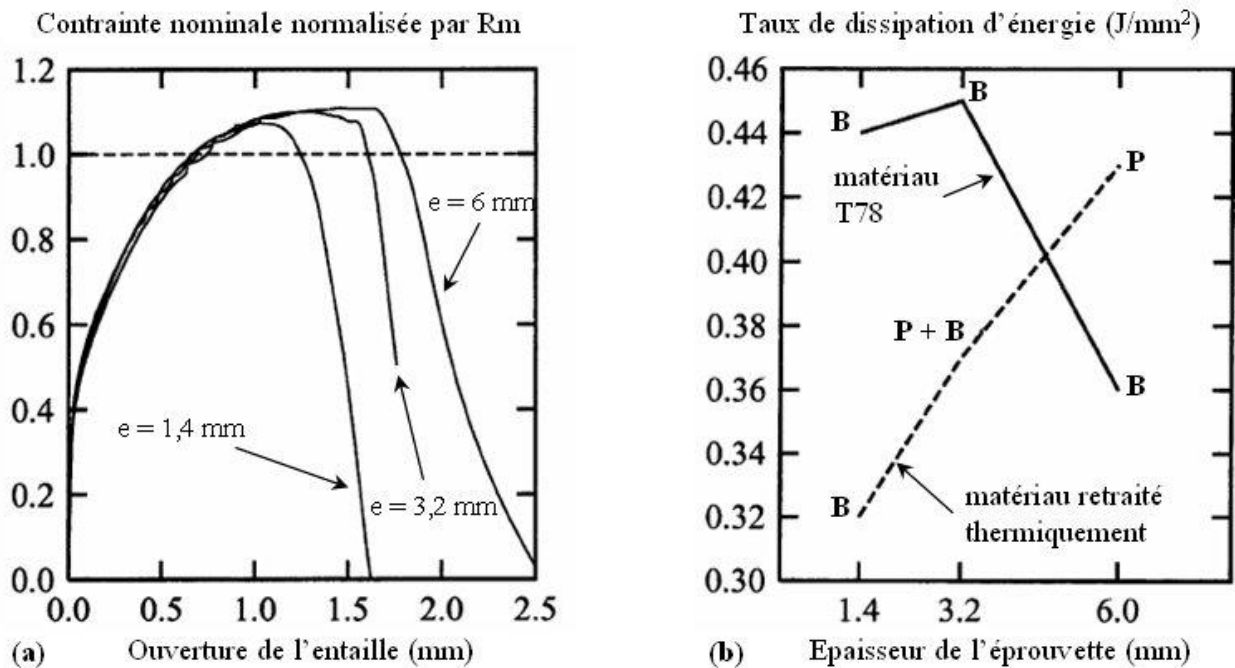


Figure III-18 : Effet de l'épaisseur des éprouvettes sur (a) la courbe de chargement macroscopique des éprouvettes entaillées EU1 en alliage 6056 retraits thermiquement et (b) le taux de dissipation d'énergie lors de la propagation de fissure dans les éprouvettes Kahn. Les modes de rupture en dehors du triangle d'amorçage (P : à plat et B : en biseau) sont indiqués en regard des essais. D'après [J19].

A titre d'exemple, la Figure III-19 donne quelques résultats obtenus sur le matériau à l'état T78. Sur les éprouvettes de traction lisses (Figure III-19a), la chute de la charge apparaît avant la localisation de la déformation et la résistance à l'endommagement augmente nettement avec l'épaisseur (le mode de rupture change également, cf. Table III-6). Avec les éprouvettes doublement entaillées, la localisation apparaît au maximum de la courbe charge-déplacement et après propagation de la fissure, ce qui semble indiquer une possible rupture en biseau (Figure III-19b).

Il n'est actuellement pas possible de modéliser à la fois la courbe de chargement macroscopique et la propagation de fissure en biseau, ce qui requiert une finesse de maillage menant à des calculs trop lourds. La thèse d'Alexandra Asserin-Lebert nous a cependant permis de découpler, au moins expérimentalement, les contributions respectives de la géométrie des éprouvettes et du comportement mécanique (écrouissage) du matériau à la résistance à la rupture ductile.

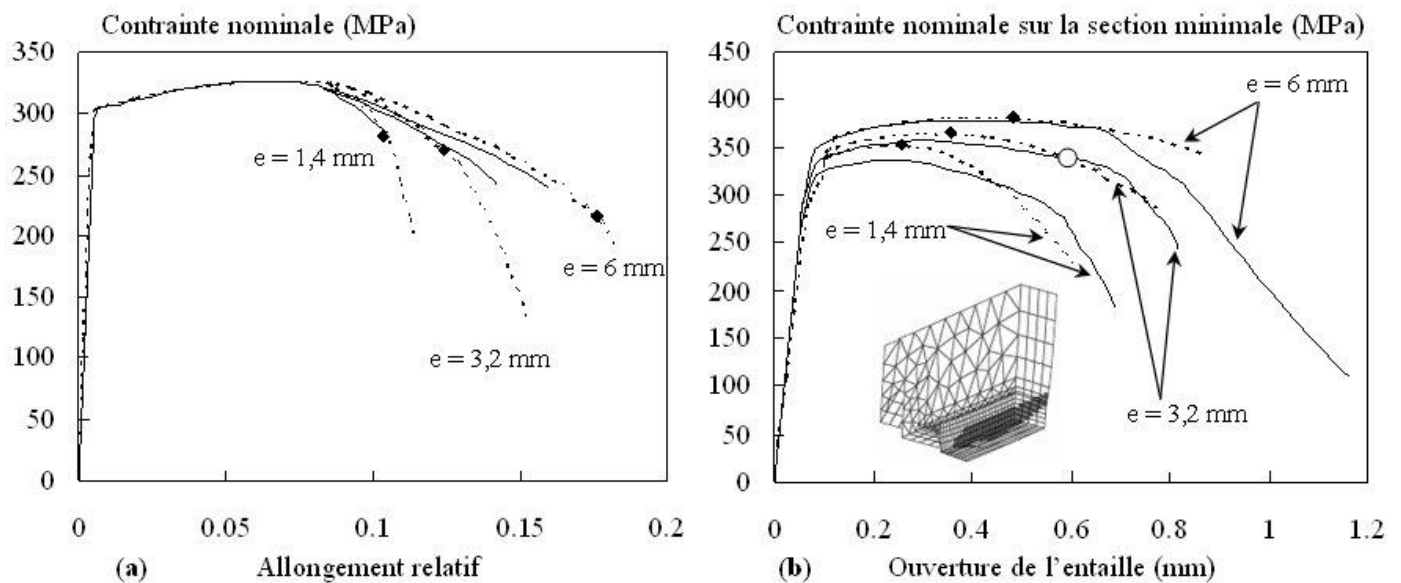


Figure III-19 : Comparaison entre courbes de chargement mesurées (lignes continues) et prédites par le modèle (lignes en pointillés) pour l'alliage 6056 traité T78. Les losanges indiquent le début de la localisation de la déformation d'après l'indicateur de Rice. (a) Traction sur éprouvettes lisses ; (b) traction sur éprouvettes plates doublement entaillées EU1. L'insert indique, pour le pas de calcul repéré par le disque blanc, la zone où l'indicateur de localisation de Rice est négatif. D'après [C6].

III.2.2. Endommagement de découpe d'aciers dual-phase de laboratoire

Les aciers dual-phase utilisés pour réaliser des pièces de sécurité dans la caisse en blanc automobile présentent un excellent compromis entre résistance mécanique et déformabilité. La thèse d'Alexandre Dalloz porte sur les mécanismes locaux d'endommagement et de rupture lors de la découpe des tôles avant emboutissage, ainsi que sur l'impact de cet endommagement sur la déformabilité ultérieure de nuances de laboratoire. Afin d'étudier ces mécanismes, un montage de cisaille instrumenté a été développé pour être capable d'interrompre la découpe avant la rupture entre les lames de la cisaille (Figure III-20a). On obtient alors à la fois une courbe reliant la charge appliquée au déplacement relatif des lames (Figure III-20b) et un échantillon pour l'expertise métallographique (Figure III-21).

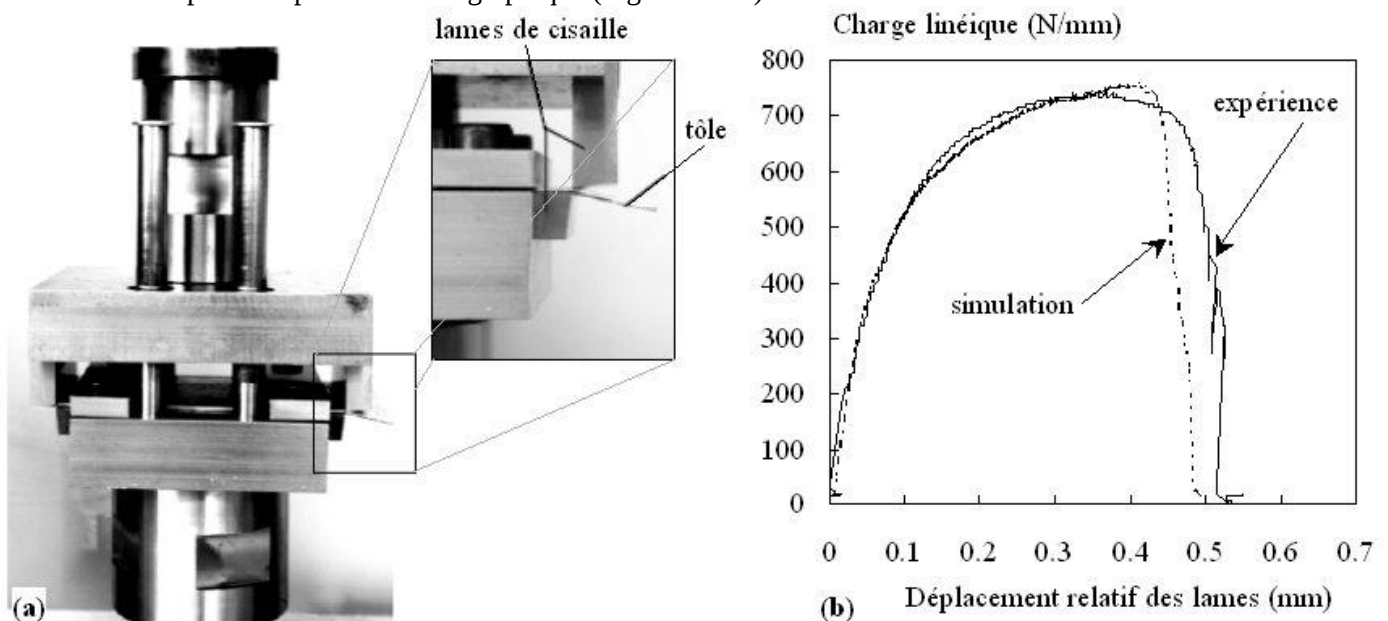


Figure III-20 : Essai de découpe instrumenté. (a) Détail du montage (pour garder le chargement symétrique, deux découpes sont réalisées de part et d'autre de l'axe de la machine d'essais), sans le capteur de déplacement lié aux lames de cisaille ; (b) courbe charge-déplacement résultante, d'après [C14].

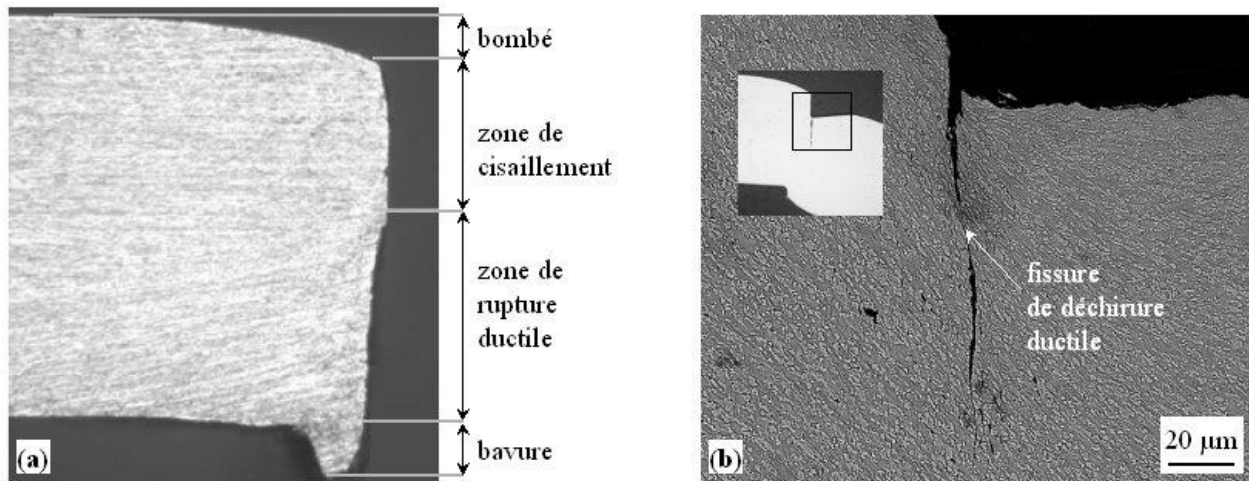


Figure III-21 : Vue en coupe (a) de la partie fixe (non chutée) d'un échantillon découpé sur une cisaille et (b) d'un échantillon après découpe interrompue sur le montage ad hoc (vue générale en insert), d'après [C14].

L'interruption de la découpe après le début de la fissuration montre que la rupture est précédée d'un endommagement ductile important (Figure III-22a), guidé par la microstructure en bandes de l'acier (Figure III-22b). Sur le montage comme sur les différentes cisailles d'atelier utilisées, quelle que soit la nuance étudiée, l'endommagement est lié à la décohésion aux interfaces entre ferrite et martensite (Figure III-22c). La structure en bandes de l'acier marque une forte déformation locale qui se traduit par une augmentation de la dureté du matériau dans cette zone. Lors d'un essai de traction sur bande découpée, une rupture prématurée est alors susceptible de se déclencher à partir de cette zone durcie et endommagée, ce qui n'est pas le cas lorsque l'on retire par fraisage la zone affectée par la découpe.

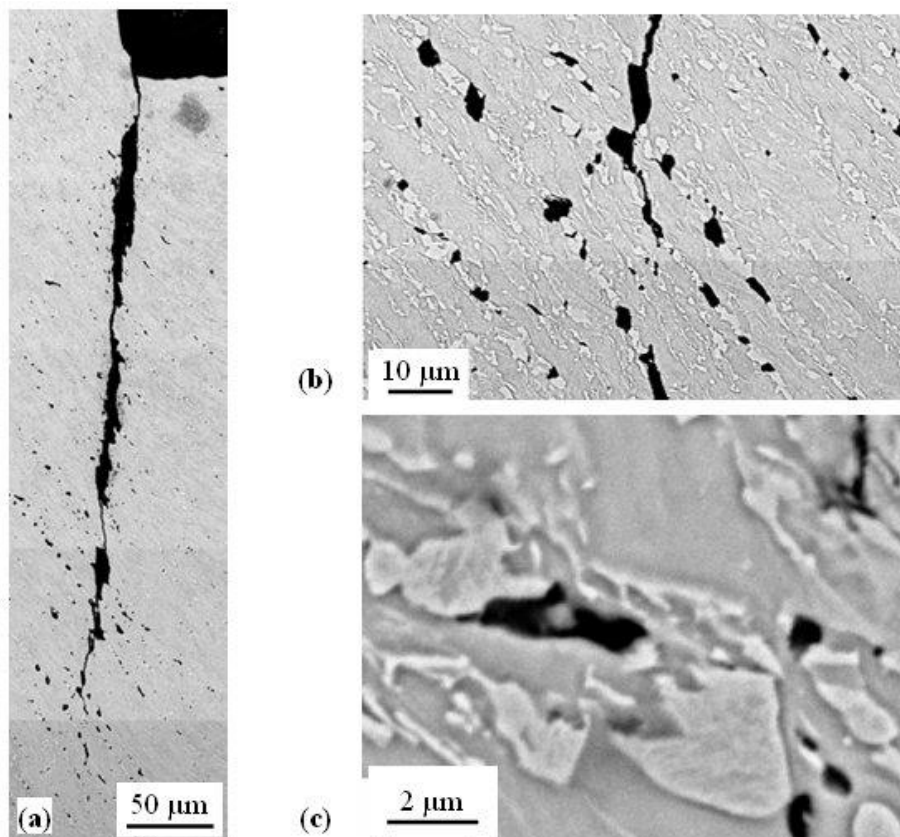


Figure III-22 : Endommagement de découpe observé après essai interrompu sur le montage ad hoc. (a) Vue générale de la fissuration ; (b) orientation de la microstructure et endommagement en pointe de fissure ; (c) l'endommagement apparaît par décohésion aux interfaces entre ferrite et martensite. D'après [C14].

L'objectif de la thèse d'Alexandre Dalloz étant d'améliorer la déformabilité des bords découpés de ces nuances de laboratoire, les travaux en cours s'articulent autour de deux axes principaux. La description de l'évolution du matériau au cours de la découpe et l'estimation des propriétés mécaniques des bords découpés sont finalisées par un modèle reposant sur la simulation par éléments finis de l'opération de découpe. Un tel modèle inclut à la fois la légère anisotropie plastique de la tôle, le couplage entre l'écoulement plastique et l'endommagement par cavitation ainsi que la prise en compte des contacts entre outillage et matière et de la déformation élevée de la tôle. Les Figures III-20b et III-23 illustrent les résultats de la simulation numérique. L'étendue de la zone affectée par la découpe est conforme aux observations expérimentales. Une des difficultés de la modélisation est la détermination de la loi d'écoulement aux fortes déformations, qui n'est pas accessible à partir de la base expérimentale construite lors de l'étude (essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées).

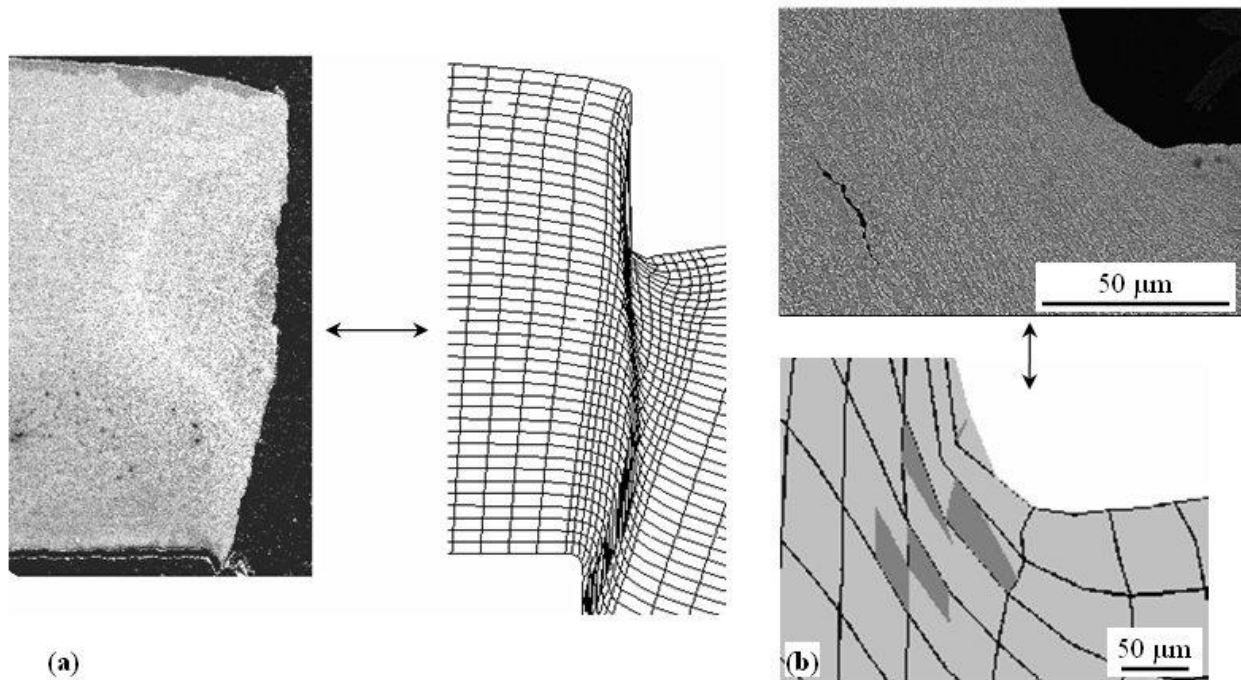


Figure III-23 : Simulation numérique de l'essai de découpe. (a) Profil de la partie fixe ; (b) localisation de la première fissure là où le prévoit le modèle (cartographie de porosité en imposant un critère de contrainte hydrostatique positive pour la germination des cavités), d'après [C14].

Le deuxième axe de recherche consiste à étudier, puis à tenter de modifier la distribution des phases martensitiques et/ou le comportement des zones proches des interfaces entre ferrite et martensite par des traitements thermiques appropriés. L'approche associe aux traitements thermiques une caractérisation métallurgique par microscopie électronique, des essais de découpe et de traction sur bandes découpées, l'expertise de l'endommagement de découpe et des éprouvettes de traction. Le nombre d'itérations possibles au cours de la dernière année de la thèse d'Alexandre Dalloz est nécessairement limité mais certains traitements donnent déjà des résultats prometteurs.

III.3. Propagation de fissures en fatigue et en fatigue-fluage

III.3.1. Propagation intergranulaire de fissure assistée par l'oxydation

La fissuration par corrosion sous contrainte des pièces en Alliage 600 (NC15Fe) dans le milieu primaire des réacteurs nucléaires de type REP est connue depuis la fin des années 1950 [Coriou 1960] mais difficile à reproduire en laboratoire. Elle dépend étroitement de l'état métallurgique de l'alliage et son mécanisme n'est

pas encore élucidé. Parmi les candidats figurent la plasticité locale assistée par l'hydrogène, la fragilisation des joints de grains par l'oxygène, l'accélération locale du fluage via la corrosion, voire une succession de cycles passivation - rupture mécanique du film passif. La fissuration observée est intergranulaire, très fragile, avec de nombreux amorçages et branchements de fissure.

Fort de sa longue expérience de fissuration des superalliages base nickel en fatigue-fluage sous air pour différentes pressions, le laboratoire a suivi avec ma thèse la piste du couplage entre oxydation et fluage. La première étape a consisté à constituer une base expérimentale solide sous air à haute température (550 à 600°C). Dans un deuxième temps, nous nous sommes « rapprochés » des conditions réelles de corrosion : abaissement de la température d'essai (400°C), introduction de vapeur d'eau désaérée dans le milieu à 400°C, puis essais en autoclave dans un milieu primaire REP simulé, voire chimiquement dégradé. Un des objectifs était de mettre en évidence et de quantifier la sensibilité de ce matériau à la fragilisation intergranulaire sous sollicitation mécanique sévère dans ces différents milieux. Nous aborderons ici le cas des environnements gazeux à 550 et 400°C.

Mise en évidence : essais mécaniques sur éprouvettes compactes de traction

Les joints de grains des superalliages base nickel sont sensibles, d'une manière générale, à la fissuration assistée par l'environnement. Cette sensibilité est étroitement liée à la microstructure des zones proches des joints de grains, notamment à la répartition locale des précipités [Hochstetter 1994, Molins et coll. 1997]. Plus l'alliage est résistant au fluage à 650°C, plus il est sensible à la fissuration intergranulaire en fatigue-fluage à cette même température [Chassaigne 1995 et 1997, Molins et coll. 1997]. Pourquoi l'Alliage 600, solution solide qui résiste bien au fluage sous faible charge (il est utilisé pour des éléments de fours industriels) serait-il sensible à la fissuration intergranulaire en fatigue-fluage ? C'est ce que nous avons essayé de découvrir, en nous attachant à l'étape de propagation de fissures longues.

Si l'on sollicite en fluage « pur » une éprouvette compacte de traction (CT) préfiessurée en Alliage 600, la fissure s'émousse avant d'avoir eu le temps de se propager. La vitesse de déformation évolue rapidement vers des valeurs faibles, favorables à la diffusion et à l'endommagement intergranulaire mais dans le même temps le chargement mécanique local chute du fait de l'émoussement de la fissure. Malheureusement pour l'utilisateur, le chargement mécanique en service n'est pas nécessairement monotone. Si on prend la peine, par un cycle de fatigue oligocyclique, de recharger périodiquement la pointe de fissure, celle-ci passe beaucoup de temps (cumulé) dans un large domaine de vitesses de déformation et sous contrainte élevée et, de fait, une propagation de fissure intergranulaire est observée. Nous avons testé deux types de cycles : des cycles triangulaires de fatigue pure (mise en charge en 20s, déchargement en 20s : cycles « 20-20 ») et des cycles trapézoïdaux de fatigue-fluage avec 10s de mise en charge, 90s de maintien à la charge maximale et 10s de déchargement (cycles « 10-90-10 ») à 550 et 400°C. Dans les deux cas le rapport de charge vaut 0,3 et le facteur d'intensité des contraintes maximal est maintenu constant à 26 MPa $\sqrt{m}$. Les résultats sont synthétisés sur la Figure III-24.

Contrairement aux superalliages pour lesquels la rupture à 650°C est toujours transgranulaire en fatigue et dépend de la pression partielle d'oxygène en fatigue-fluage, aucun effet d'environnement n'est observé sur l'Alliage 600 en fatigue-fluage à 550°C pour ces niveaux de chargement. La fissure se propage rapidement de manière intergranulaire en fatigue-fluage, manifestant la sensibilité intrinsèque des joints de grains à la fissuration en fluage sous forte charge. En fatigue lente, les cycles 20-20 conduisent à la même propagation intergranulaire sous air, mais à une propagation transgranulaire plus lente d'un facteur 5 environ sous vide : au-delà d'une valeur de transition $P_T = 10^{-3}$ à 10^{-1} Pa de la pression totale du milieu ambiant, l'oxydation augmente significativement la sensibilité à la fissuration intergranulaire lors des cycles 20-20. A 400°C la valeur de la pression de transition est plus élevée (autour de 10 Pa) et la propagation n'est plus totalement intergranulaire au-delà de cette valeur. L'Alliage 600 n'est donc pas insensible à la fissuration intergranulaire sous air à des températures aussi basses que 400°C, température couramment utilisée pour les essais de corrosion sous contrainte accélérés en vapeur dite « supercritique ».

Le fort couplage entre chargement mécanique et conditions chimiques nous a conduits à explorer d'une part le comportement mécanique et d'autre part les modes d'oxydation de cet alliage à travers des essais de compréhension.

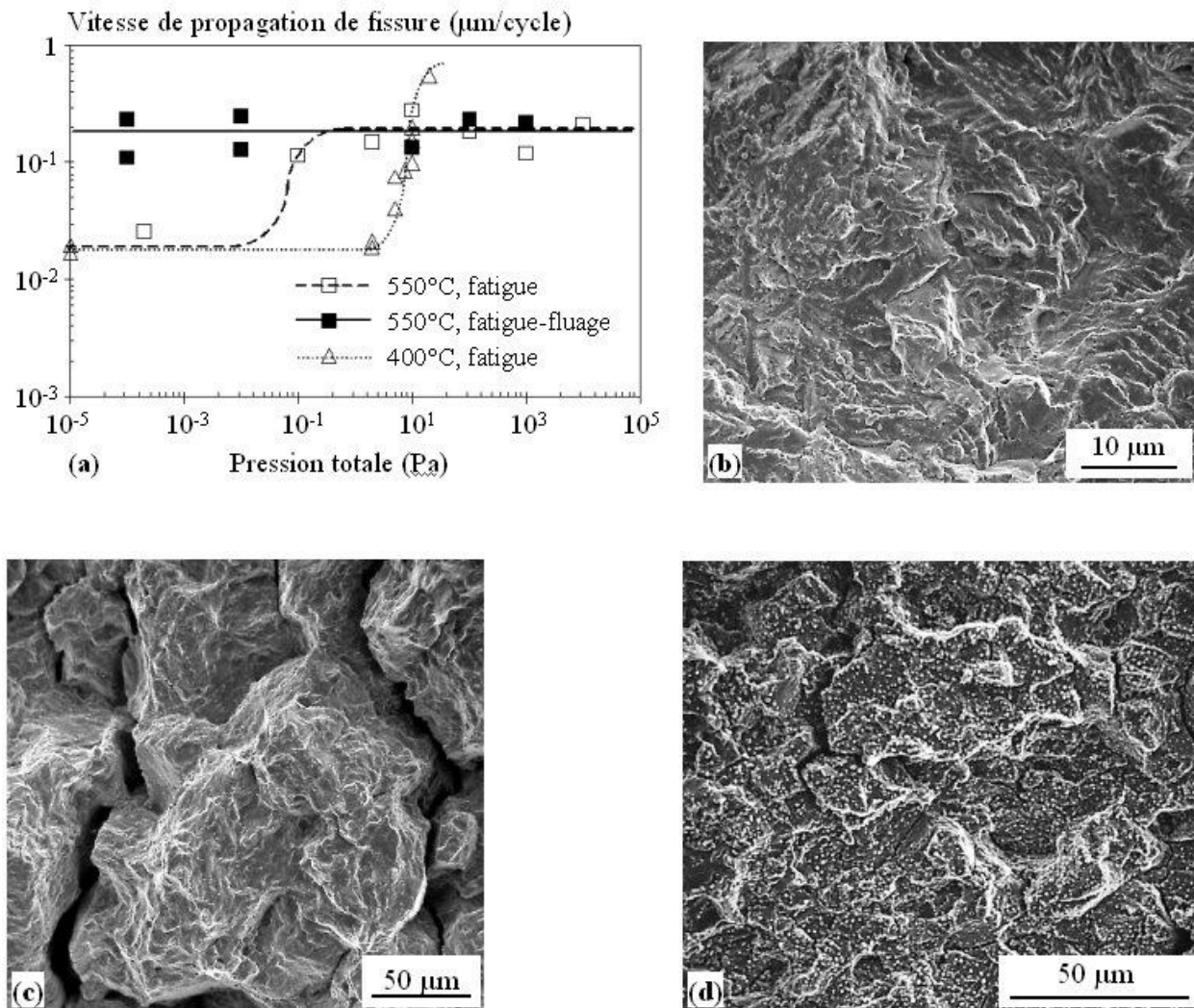


Figure III-24 : Propagation de fissure dans l'Alliage 600 sous différentes pressions partielles d'oxygène (vide partiel à partir de l'air du laboratoire). (a) Vitesses de propagation en fonction de la température et de l'environnement ; (b) rupture transgranulaire en fatigue pure sous vide secondaire à 550°C ; (c) et (d) rupture intergranulaire sous air à (c) 550°C et (d) 400°C, d'après [J12].

Essais de compréhension

La première série d'essais a visé à caractériser le comportement mécanique, en fatigue oligocyclique avec ou sans temps de maintien à la charge ou à la déformation maximale, et en fluage. On s'est intéressé à la gamme 20-600°C pour des vitesses de déformation entre 10⁻⁵ et 10⁻³ s⁻¹. Les essais de traction simple et de fatigue oligocyclique en traction-compression ont montré les principales caractéristiques du comportement mécanique de cet alliage en conditions de chargement radial (triaxialité des contraintes constante), ce qui est très proche des conditions réelles en pointe de fissure des éprouvettes CT d'après les simulations numériques (Table III-7) :

- L'écrouissage est essentiellement cinématique. Il se traduit par un fort effet Bauschinger et doit être pris en compte dans le calcul par éléments finis des chargements locaux en pointe de fissure. Cet effet est particulièrement important entre 20 et 400°C (Figure III-25a).
- Un vieillissement dynamique marqué se manifeste par un fort effet Portevin-Le Châtelier, une sensibilité nulle voire faiblement négative à la vitesse de déformation entre 340 et 400°C et une restauration statique importante de l'écrouissage isotrope à partir de 300°C (Figure III-25b). Il est moins sensible à partir de 550°C pour les vitesses de déformation considérées ici.

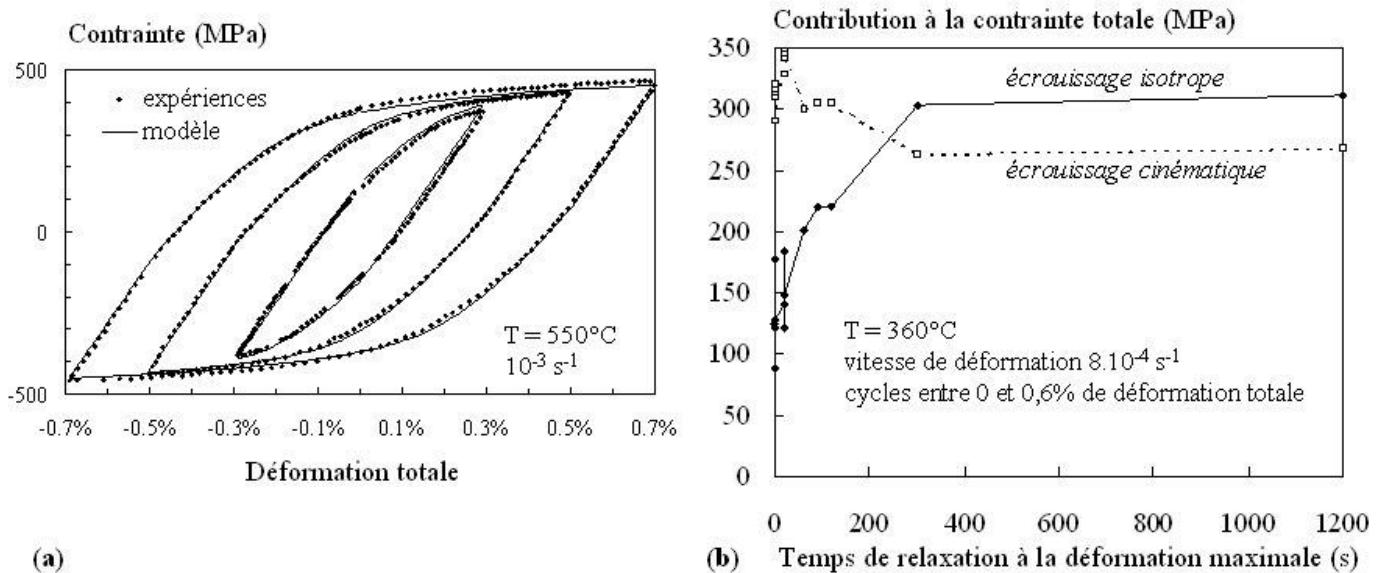


Figure III-25 : Quelques caractéristiques du comportement mécanique de l'Alliage 600 en fatigue oligocyclique. (a) Fort effet Bauschinger dû à un écrouissage cinématique remarquable, d'après [J12] ; (b) restauration de la contrainte interne par vieillissement statique amenant une augmentation de l'écrouissage isotrope, d'après ma thèse.

Table III-7 : Evolution du comportement mécanique de l'Alliage 600 entre 20 et 600°C. « - » = effet ou valeur négatif(ve) ; « o » = effet négligeable ; « + » = effet positif ; « ++ » = effet ou valeur fortement positif(ve) ; * = donnée uniquement disponible pour les cycles à $\pm 0,7\%$ de déformation totale ; ND = absence de donnée disponible. D'après [J12].

Température (°C)	25	300	340	360	400	550	600
Allongement maximal réparti en traction (%)	27	23	24	24-32	24	16-20	10-12
Ecrouissage cyclique (cycles à $\pm 0,5\%$ de déformation totale)	7%	10%	10%	18%	ND	10%	13%
Part cinématique de l'écrouissage	++	++	++	++	++	+	+
Part isotrope de l'écrouissage	-	-	-	-	-	o	+
Viscosité apparente (relaxation)	o	o	o	o	o	+	++
$\Delta\sigma / \sigma_0$ après 100s de relaxation (cycles à $\pm 0,5\%$ de déformation totale)	-5,2%	-8,1%	ND	-4,1%	-3,7%	-14,8%	-30,3%
Effet Portevin-Le Châtelier entre 10^{-5} et 10^{-3} s^{-1}	o	+	++	++	++	++	+
Sensibilité à la vitesse de déformation entre 10^{-5} et 10^{-3} s^{-1}	ND	ND	-	-	-	o	+
Augmentation de l'amplitude des contraintes $\Delta\sigma$ pour les cycles à $\pm 0,5\%$ entre 10^{-5} et 10^{-3} s^{-1}	ND	ND	-2,1%	-5,8%	ND	-1,2%	+22%

Le modèle de comportement mécanique intègre à la fois les effets de viscosité et de restauration statique, d'où une intégration locale (à chaque point de Gauss du maillage) lourde dans les calculs par éléments finis. Avec les machines alors disponibles au laboratoire, nous avons simulé les essais sur éprouvettes CT, en 2D (déformations planes) avec une fissure stationnaire. Sous ces hypothèses, la vitesse de déformation viscoplastique calculée en pointe de fissure est de l'ordre de 10^{-3} à plus de 10^{-2} s^{-1} lors des étapes de chargement et de déchargement, tandis qu'elle chute vers 10^{-4} à 10^{-5} s^{-1} au début du maintien à la charge maximale en fatigue-fluage. On peut donc supposer que dans les conditions mécaniques (triaxialité des contraintes, niveau de chargement, rapport de charge) et chimiques (environnement gazeux en pointe de fissure) étudiées, une vitesse de déformation par fluage de 10^{-3} s^{-1} n'est endommageante pour les joints de grains qu'associée à un environnement agressif (ici l'air à une pression supérieure à 10^{-1} Pa), tandis qu'une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-5} s^{-1} est endommageante même sans effet d'environnement : elle conduit à la propagation intergranulaire de la fissure même sous vide secondaire.

Nous avons déjà vu (Chapitre II, section II.1) que la présence d'un environnement oxydant pouvait accélérer les mécanismes de déformation par fluage sur une profondeur de l'ordre de $100 \mu\text{m}$. Ces mécanismes de déformation, très endommageants pour les joints de grains, pourraient alors devenir actifs à des vitesses de déformation locales (en pointe de fissure) plus élevées. De fait, l'oxydation interne observée sur les lèvres de la fissure, presque jusqu'à la pointe, ressemble à celle observée le long des fissures secondaires des éprouvettes de fluage de la section II.1, ce qui suggère des conditions d'oxydation comparables malgré le confinement de l'environnement en pointe de fissure longue. La couche d'oxydes formée à la pointe de la fissure est plus fine, très adhérente et aucune oxydation interne n'est alors présente (Figure III-26).

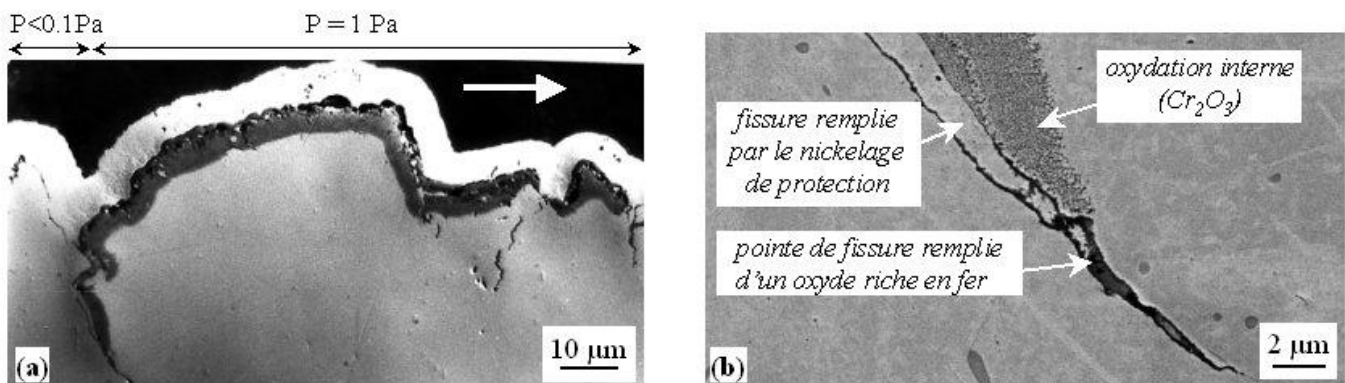


Figure III-26 : Oxydation au voisinage d'une fissure propagée par fatigue continue (cycles 20-20) à 550°C. (a) Coupe nickelée et polie le long de la lèvre de la fissure : couche d'oxydes fine pour une pression ambiante totale $P < 0,1 \text{ Pa}$; (b) pointe de fissure secondaire : oxydation interne en arrière de la pointe, couche homogène d'oxydes riches en fer à l'extrême pointe de la fissure, d'après [J12].

La confrontation de ces différents résultats suggère qu'à 550°C, l'oxydation cationique injecterait dans le métal sous-jacent des défauts susceptibles d'accélérer la restauration et/ou d'augmenter la mobilité des dislocations (on est ici en régime de fluage dislocations contrôlé par la diffusion de cœur) [Frost et Ashby 1982]. L'accélération résultante du fluage affecterait le métal sur une profondeur d'au moins $100 \mu\text{m}$ et permettrait d'expliquer que pour les vitesses de déformation relativement élevées rencontrées en pointe de fissure lors des cycles de fatigue, la propagation de fissure puisse être plus rapide et intergranulaire sous air, alors que sous vide, la cinétique et/ou les mécanismes d'oxydation ne permettent pas cette accélération locale du fluage. La sensibilité à la fissuration intergranulaire de l'Alliage 600 en fatigue sous air à haute température, résumée schématiquement sur la Figure III-27, serait donc intimement liée à la modification locale du comportement du matériau via le développement suffisamment rapide d'une couche d'oxydes adhérente en croissance cationique.

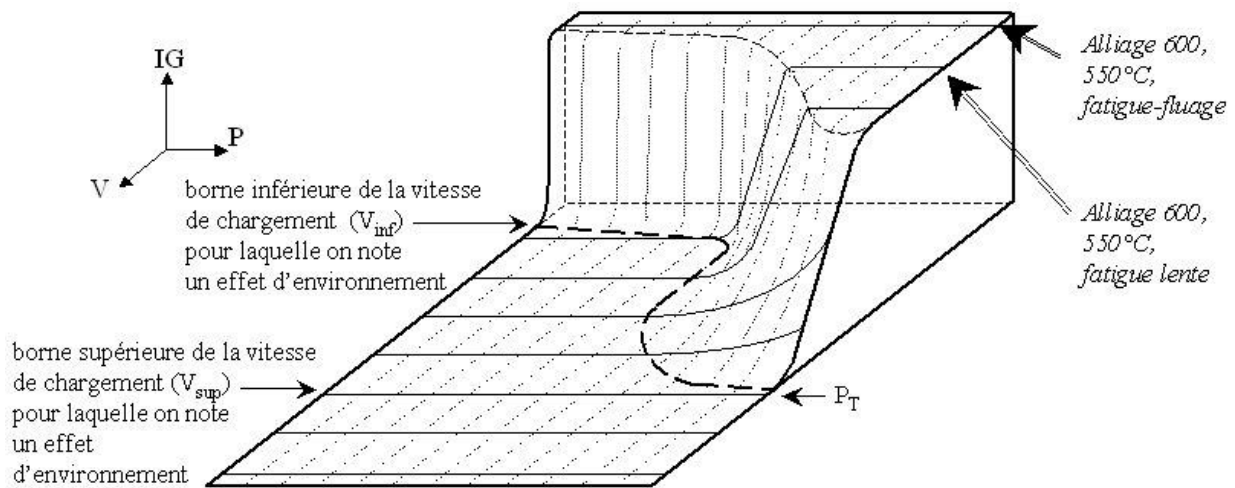


Figure III-27 : Représentation schématisée de l'effet de l'environnement (symbolisé ici par une pression totale P aux alentours de l'éprouvette) sur la sensibilité à la fissuration intergranulaire (« IG »), en fonction de la vitesse de chargement mécanique macroscopique (V). Les lignes continues fines représentent l'effet de l'environnement pour un chargement mécanique donné, les lignes pointillées l'effet de la vitesse de chargement mécanique pour un environnement donné. P_T est la pression de transition de mode de fissuration, qui dépend du chargement mécanique. Les indications en italiques illustrent le cas de l'Alliage 600 à 550°C. D'après [J12].

III.3.2. Propagation de fissure par fatigue dans un acier inoxydable austéno-ferritique moulé

La microtexture particulière des aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés (cf. I.3.1), avec des tailles caractéristiques de phases ou de colonies d'austénite proches de la taille de zone plastique à la pointe d'une fissure de fatigue, entraîne un couplage fort entre microstructure, mécanismes microscopiques de propagation de fissure et vitesse de propagation macroscopique pour des chargements modérés. Parmi les résultats de la thèse de Virginie Calonne, nous retiendrons ici le cas d'un coude mis en forme par moulage statique et traité 10h à 1150°C, trempé à l'eau, dont une partie est vieillie à 400°C pendant 2400 heures. Le taux de ferrite δ est de 30%. La chute de résilience observée après vieillissement ne se traduit en fatigue que par une modification des conditions de fermeture de fissure, c'est-à-dire que les courbes de vitesse de propagation en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes effectif (corrigé des effets de fermeture) sont analogues. On note également un fort effet du lieu et de la direction de prélèvement des éprouvettes dans le matériau vieilli (Figure III-28), auquel nous allons nous attacher dans la suite de cette section.

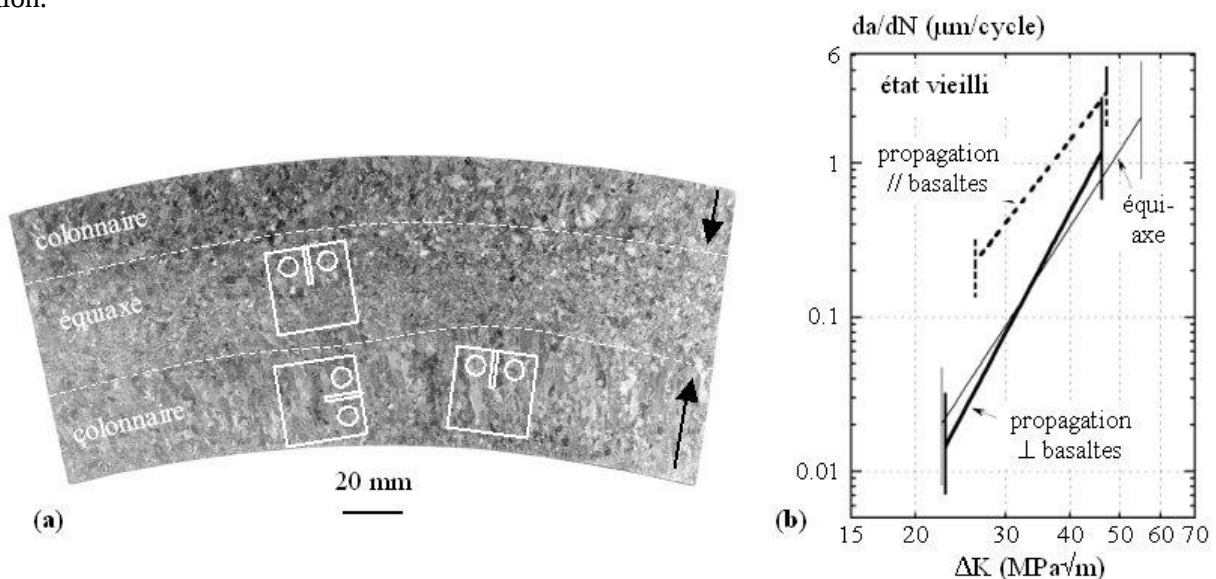


Figure III-28 : Effet du prélèvement des éprouvettes compactes de traction (CT) dans le coude moulé vieilli. (a) Définition des trois prélèvements par rapport à la structure de solidification, la direction de croissance des grains basaltiques étant donnée par les flèches ; (b) courbes correspondantes de propagation de fissure par fatigue. D'après (a) [J13] et (b) [C4] et [CL6].

Les mécanismes microscopiques de fissuration ont été étudiés par analyse EBSD de traces de fissures, associée à la fractographie. La ferrite δ se fissure soit par clivage selon un plan $\{100\}_\delta$ (Figure III-29a), soit par cisaillement, vraisemblablement le long de plans $\{112\}_\delta$ ou $\{123\}_\delta$. Dans les colonies d'austénite, la fissure change fréquemment de direction de propagation, celle-ci pouvant correspondre à des traces de plans $\{100\}_\gamma$, $\{100\}_\gamma$ ou $\{111\}_\gamma$ (Figure III-29b). Bien qu'aucune des deux phases ne soit un chemin préférentiel de propagation de la fissure, le chemin local de fissuration de l'austénite, différent de celui rencontré classiquement dans les alliages de structure cubique à faces centrées (plans $\{100\}$ ou $\{110\}$ résultant de cisaillements alternés le long de deux plans $\{111\}$ différents) est sans doute influencé par la présence de la phase δ , plus dure, autour des entités d'austénite. La microstructure bipercolée joue donc un rôle essentiel dans les mécanismes de propagation de fissure à l'échelle microscopique.

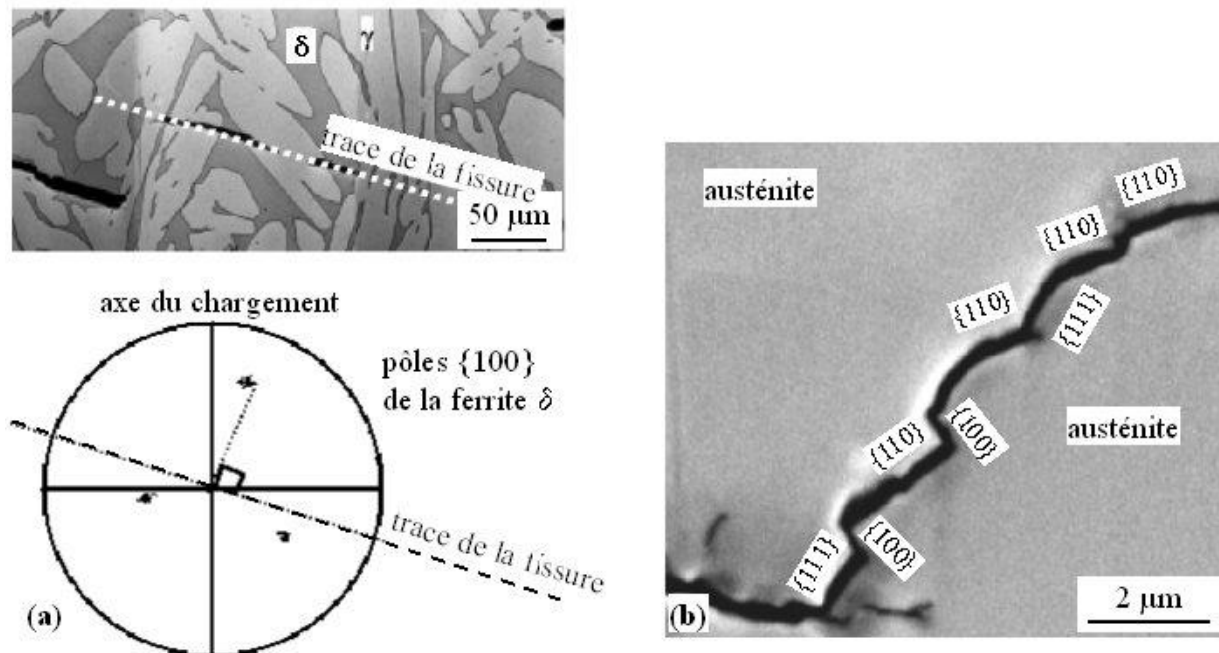


Figure III-29 : Analyse par EBSD du chemin de fissuration à l'échelle microscopique dans le coude moulé vieilli. (a) Clivage $\{100\}_\delta$ dans la ferrite ; (b) changements fréquents de type de plan de propagation dans l'austénite. D'après [CL6].

Le comportement de la fissure à l'échelle des grains (grains de ferrite millimétriques ou grains d'austénite) diffère sensiblement d'une phase à l'autre. Alors que l'orientation locale de la fissure (sur coupes 2D) semble peu liée aux colonies d'austénite (Figure III-30a), elle est plus nettement influencée par la traversée des joints de grains de ferrite (Figure III-30b).

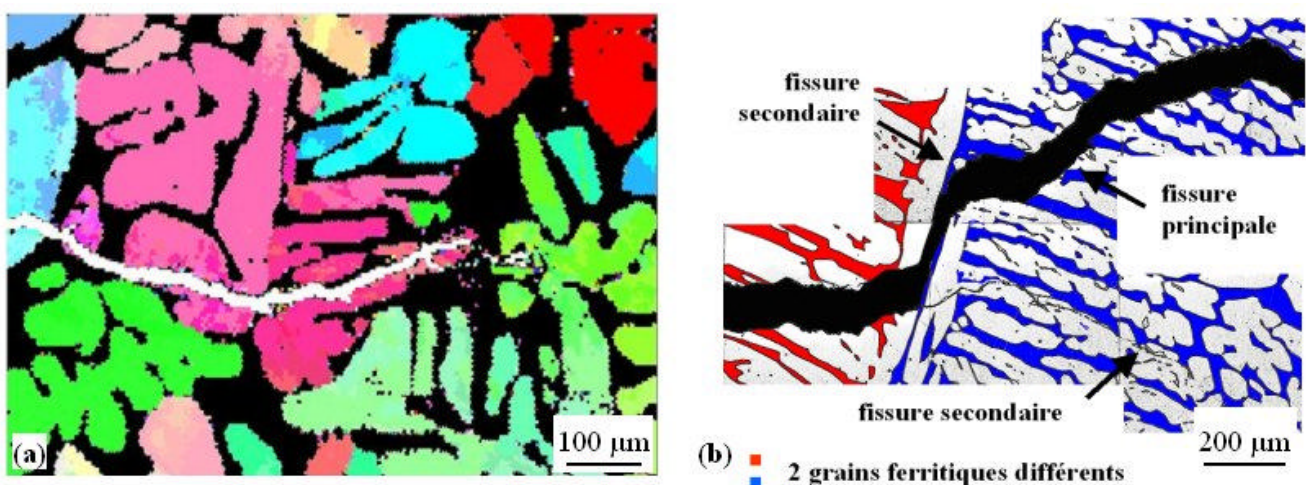


Figure III-30 : Evolution de la direction de propagation de la fissure à l'échelle des grains. (a) Absence de corrélation marquée entre orientation de la fissure et orientation des colonies d'austénite ; (b) déviation et branchement d'une fissure à la traversée d'un joint de grains de ferrite, d'après [CL6].

L'analyse par EBSD du chemin de propagation des fissures sur coupes polies a montré à l'échelle d'une fissure macroscopique que la direction moyenne de propagation était dictée, dans le matériau vieilli, par l'orientation du plan $\{100\}_\delta$ de la ferrite le mieux orienté pour cliver. Ceci explique les fortes variations de l'orientation de la fissure lors du franchissement de certains joints de grains de la ferrite, ainsi que l'effet du prélèvement des éprouvettes CT (Figure III-31) :

- lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux grains colonnaires, elle trouve toujours le même plan de clivage de la ferrite pour se propager et aucun effet des joints de grains n'est détecté ; la propagation de cette unique fissure très plane est la plus rapide ;
- lorsque la fissure se propage parallèlement aux grains colonnaires, elle peut facilement se brancher pour suivre les différents plans de clivage des grains colonnaires qu'elle rencontre ; un effet d'écran peut alors abaisser la vitesse de propagation de ces fissures ;
- lorsque la fissure se propage dans la zone équiaxe, elle rencontre, à la fois le long du front et selon sa direction de propagation, des grains de ferrite d'orientations aléatoires ; les fréquentes déviations ainsi engendrées ralentissent alors sa propagation.

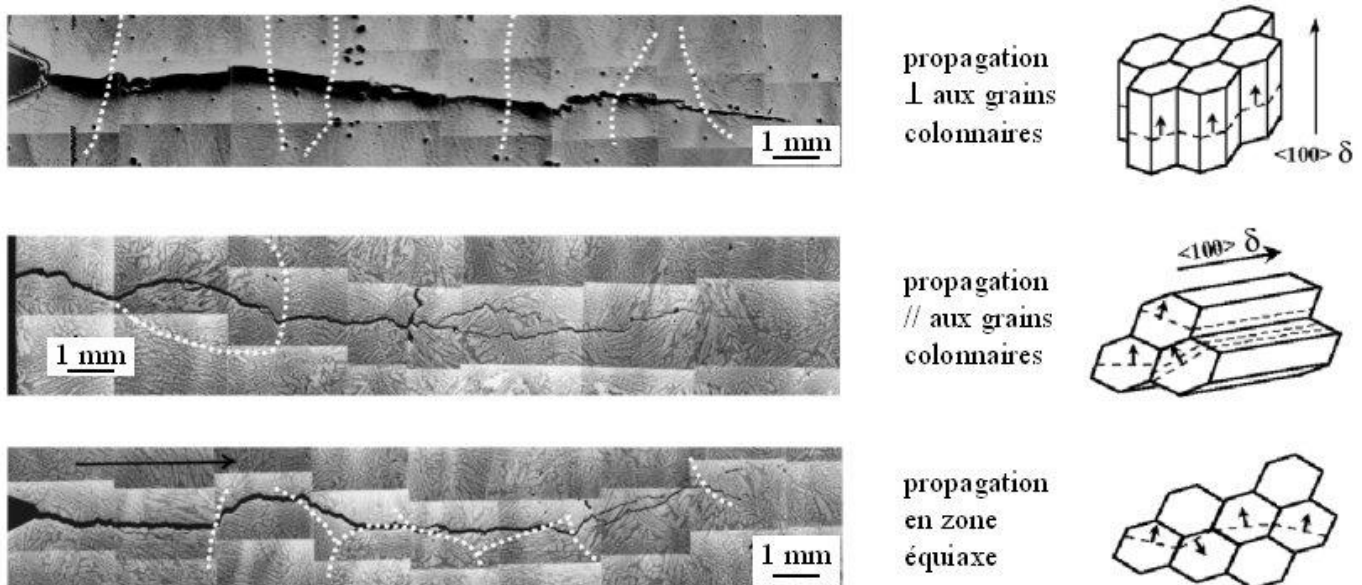


Figure III-31 : Sensibilité de la propagation macroscopique des fissures de fatigue envers la texture locale des grains de ferrite : changements de direction des fissures et position des joints de grains de ferrite (repérés en pointillés) sur coupes métallographiques (attaque au réactif de Murakami) et schéma des interactions correspondantes entre fissure et microtexture de la ferrite. D'après [J13, CL6].

La modélisation quantitative des interactions décrites ci-dessus suppose le maillage (et donc la caractérisation morphologique et cristallographique) de la microstructure en 3D devant la pointe de la fissure, ainsi que le développement de critères de propagation de fissure pour chaque mécanisme élémentaire de fissuration, ce qui reste actuellement hors de portée. Nous nous en sommes donc tenus à la description qualitative des mécanismes de propagation de fissure exposée ci-dessus.

III.4. Durée de vie en fluage d'aciers inoxydables austénitiques et d'aciers ferritiques-martensitiques à 9% de chrome

L'approche locale de la rupture par fluage a été développée au laboratoire depuis les années 1980 [voir par exemple Yoshida et coll. 1990], au départ pour les aciers inoxydables austénitiques utilisés notamment dans les réacteurs nucléaires à neutrons rapides.

Comme pour l'approche locale de la rupture par clivage, la méthode consiste à déterminer expérimentalement à la fois la loi de comportement (ici en écoulement viscoplastique) et les mécanismes d'endommagement en fonction des conditions de sollicitation (niveau et triaxialité des contraintes), ici via des essais de fluage en traction sur éprouvettes lisses ou entaillées. On ajuste ensuite les paramètres d'un modèle de comportement afin de simuler par éléments finis les différents essais et, par comparaison avec les observations expérimentales, d'identifier un critère de rupture intrinsèque au matériau et faisant intervenir le chargement mécanique local.

L'utilisation d'éprouvettes axisymétriques entaillées permet de découpler les effets respectifs de la triaxialité des contraintes (ou de la contrainte principale maximale) et de la déformation de fluage (liée à la contrainte équivalente, par exemple au sens de von Mises). Elle présente un autre avantage, non négligeable, en fluage : pour une vitesse de déformation viscoplastique donnée, l'augmentation de la triaxialité des contraintes (via la présence de l'entaille) accélère les mécanismes d'endommagement, ce qui permet de « gagner du temps » : les mécanismes d'endommagement n'intervenant qu'aux faibles vitesses de fluage (donc aux temps longs) peuvent ainsi être activés dans des temps raisonnables à l'échelle du laboratoire.

Les premières études ont abouti à l'élaboration d'un critère d'endommagement fonction à la fois de la plus grande contrainte principale et de la vitesse de déformation viscoplastique. Sous forme incrémentale, ce critère s'écrit de la manière suivante, proche de celle du modèle de [Dyson et McLean 1977] :

$$dD = A \langle \Sigma \rangle^\alpha \varepsilon_{eq}^\beta d\varepsilon_{eq} \quad (\text{III-3})$$

Dans cette équation, Σ est la contrainte principale maximale (les crochets signifiant que l'on ne prend que sa partie positive) et ε_{eq} est la vitesse de déformation équivalente (de von Mises) de fluage. La valeur critique D_c du critère D est ajustée sur le post-traitement des calculs par éléments finis des différents essais de fluage sur éprouvettes entaillées. A , α et β sont des paramètres du modèle ; les valeurs des exposants sont typiquement de 2 à 4 pour α et de 0,5 pour β .

A la suite de ces travaux, nous avons contribué à développer l'approche locale de la rupture par fluage en deux temps : d'abord en appliquant un critère d'endommagement en post-traitement à des microstructures d'aciers inoxydables austénitiques différentes (III.4.1), puis en bâtissant une approche couplant développement de la porosité (cavitation de fluage) et écoulement viscoplastique dans le cas d'aciers de structure cristalline cubique centrée (III.4.2).

III.4.1. Aciers inoxydables austénitiques : critère d'amorçage des fissures en post-traitement des calculs

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à l'application du critère de l'équation III-3 à un acier inoxydable austénitique de microstructure différente (thèse de Guillaume Bouche) et au développement de nouveaux critères adaptés au cas de l'acier inoxydable AISI 316L(N) écroui ou non (thèse de Quentin Auzoux).

Approche locale de la rupture par fluage sur matériau obtenu par solidification en soudage

La thèse de Guillaume Bouche a porté sur un moule rempli de métal déposé par soudage. Outre la caractérisation de la microstructure à différentes échelles (cf. I.3.1.), nous avons expertisé des éprouvettes de fluage et montré par EBSD (ce qui est infaisable par imagerie au microscope optique ou au MEB) que les fissures de fluage naissaient le long des joints de grains austénitiques de forte désorientation (Figure III-32). Une telle caractérisation par EBSD étant alors impossible à réaliser sur l'ensemble des éprouvettes de fluage pour mesurer la fraction de joints de grains endommagés, le paramètre d'endommagement scalaire, D , n'a pas été normalisé par la longueur totale des joints de grains austénitiques. La loi d'endommagement est celle donnée par l'équation III-3. Les paramètres du modèle ont été ajustés à l'aide des essais sur les éprouvettes axisymétriques entaillées ; l'accord avec les essais sur éprouvette de torsion et sur éprouvettes CT (non inclus dans la base d'identification) est également satisfaisant, ce qui valide le modèle.

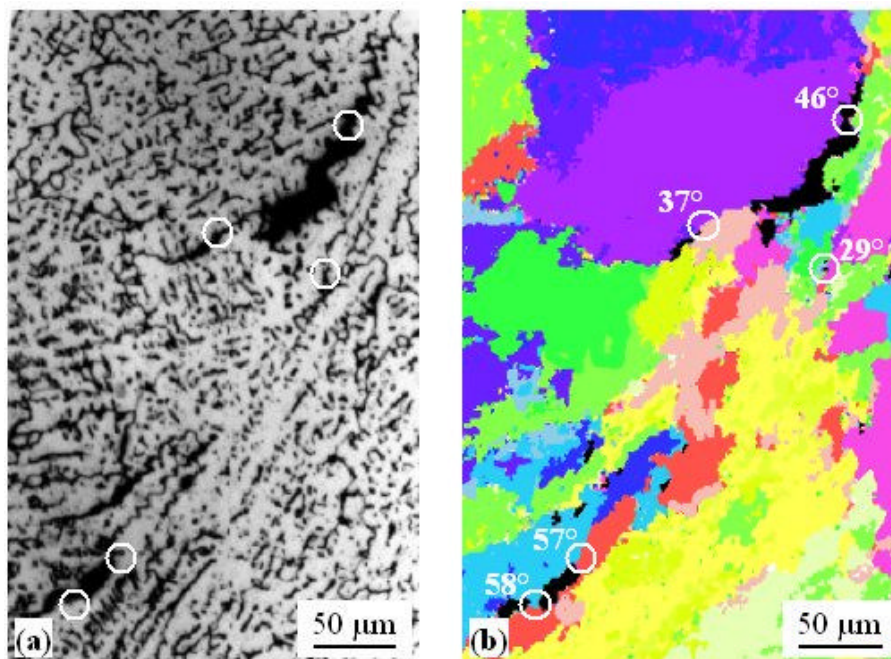


Figure III-32 : Localisation de l'endommagement dans un acier inoxydable austénitique de type AISI 316 sous forme de métal déposé par soudage. (a) Micrographie optique montrant les cavités de fluage ; (b) cartographie EBSD de la même zone : les cavités de fluage apparaissent uniquement dans les joints de grains de forte désorientation. D'après [C3].

Acier forgé : effet d'une prédéformation sur le risque de fissuration par fluage ou relaxation

Dans la thèse de Quentin Auzoux, nous sommes revenus à une microstructure plus classique d'acier AISI 316L(N) forgé, en faisant évoluer à la fois le matériau et le modèle. Outre le métal de base, nous nous sommes intéressés à la ZAT obtenue par soudage de composants de forte épaisseur. Cette ZAT est caractérisée par un fort niveau d'écrouissage et par une très faible ductilité en fluage (quelques %), à tel point que certaines pièces ont fissuré en service de manière prématurée à cause du traitement thermique de détensionnement des contraintes résiduelles (qui implique une redistribution des contraintes par une faible déformation de fluage) : c'est la « fissuration au réchauffage ». Deux matériaux ont été testés à 600°C : le métal de base et une ZAT simulée par laminage à tiède et validée par une caractérisation structurale fine par comparaison avec la ZAT réelle [CL7], que l'on appellera par la suite matériau « écroui ».

Pour un niveau de contrainte donné, le matériau écroui montre une vitesse de fluage bien inférieure et un temps à rupture bien supérieur à ceux du matériau non écroui. Pour une vitesse de déformation donnée (vitesse de fluage secondaire ou vitesse de déformation initiale en traction), la ductilité mesurée par la réduction d'aire à rupture est équivalente pour les deux matériaux (Figure III-33a) mais la ductilité donnée par la constante de Monkman-Grant (produit de la vitesse de déformation minimale par le temps à rupture) chute plus nettement aux faibles vitesses de déformation pour le matériau écroui (Figure III-33b). Elle ne vaut que quelques pour-cent dans les conditions de fissuration au réchauffage. Cet écart entre les deux mesures de ductilité est attribué au fait que la constante de Monkman-Grant est peu sensible à la fin du stade tertiaire de fluage, où se constitue l'essentiel de la réduction d'aire à rupture. Le mécanisme de rupture est en effet le suivant : des cavités apparaissent dans les joints de grains (Figure III-34a), coalescent sous la forme de fissures intergranulaires (Figure III-34b). Selon la vitesse de déformation (qui est différente en fluage tertiaire et lors des essais de relaxation sur éprouvettes CT), la rupture finale est soit totalement intergranulaire (fatigue-relaxation : on reste jusqu'au bout à faible vitesse de déformation), soit ductile avec des facettes intergranulaires au fond des cupules (vitesse de déformation finale élevée avant rupture), comme c'est le cas pour les essais de la Figure III-33.

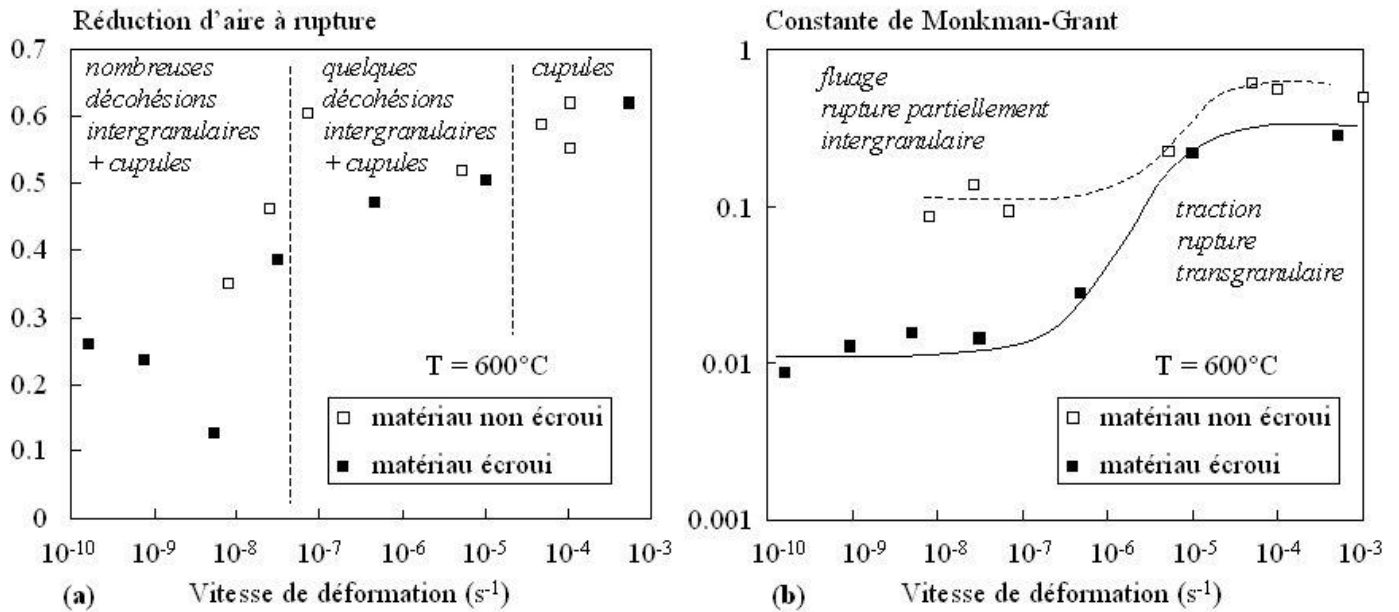


Figure III-33 : Evaluation de la ductilité en traction et en fluage à 600°C (a) par la réduction d'aire à rupture et (b) par la constante de Monkman-Grant en fonction de la vitesse de déformation (initiale en traction, minimale en fluage), pour un acier inoxydable austénitique AISI 316L(N) non écroui et écroui. D'après [CL7].

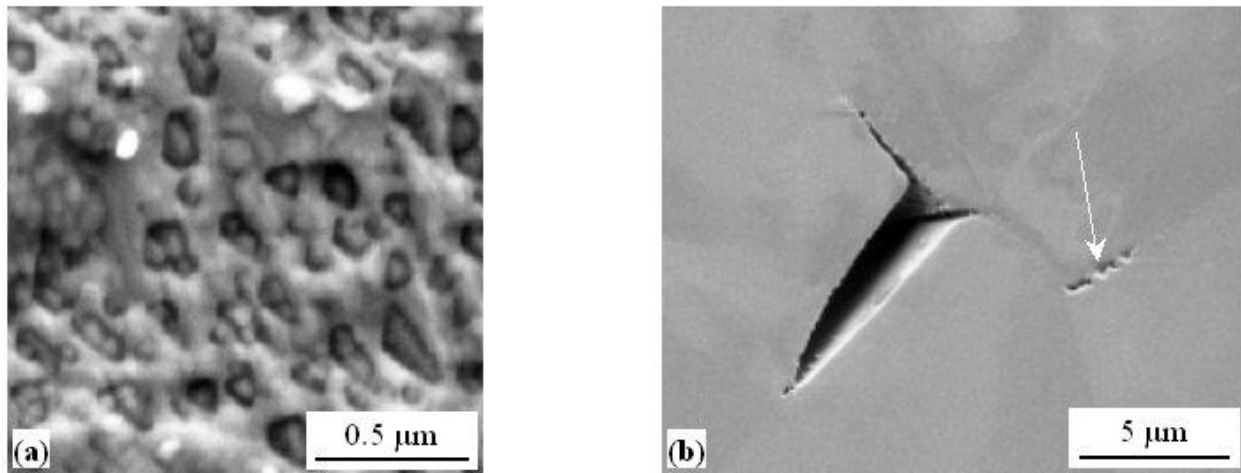


Figure III-34 : Mécanismes d'endommagement par traction lente à 600°C sur éprouvette CT préfiessurée d'acier AISI 316L(N) testée en traction lente (ouverture 9 μm/h) sous vide secondaire à 600°C. (a) Cavités apparues sur une facette intergranulaire (fractographie au MEB) ; (b) coalescence des cavités le long des joints de grains (coupe longitudinale polie, zone repérée par la flèche). Selon la vitesse de déformation en fin d'essai la rupture finale peut être intergranulaire (comme ici) ou transgranulaire ductile. D'après [CL7].

L'approche locale de la rupture a été appliquée comme dans le cas précédent, en s'appuyant notamment sur la quantification de l'endommagement sur coupes polies d'éprouvettes de fluage entaillées après essais interrompus. Un critère d'endommagement calculé par post-traitement a été défini pour prendre en compte à la fois l'écrouissage initial (induit par le laminage à tiède et/ou par la mise en charge des éprouvettes), la triaxialité des contraintes et la vitesse de déformation viscoplastique, sous la forme suivante, où les p_i sont les paramètres du modèle :

$$dD = p_1 \left[1 - p_2 \left(\exp \left(- \frac{\varepsilon_{eq}^{PL}}{p_3} \right)^{p_4} \right) \right] \left[1 + p_5 D \right] \exp \left(- p_6 \frac{\sigma_I}{\sigma_{eq}} \right) d\varepsilon_{eq} \quad (\text{III-4})$$

Le premier terme décrit l'effet néfaste de la prédéformation par écrouissage, ε_{eq}^{PL} . Il vaut p_1 pour un matériau très écroui et $p_1(1-p_2)$ pour le matériau non écroui. Le fait de confondre dans un même terme l'écrouissage par laminage à tiède et celui induit par la mise en charge initiale est justifié dans [J21]. Le deuxième terme faisant appel à p_5 indique que l'évolution de D avec la déformation viscoplastique équivalente ε_{eq} n'est pas linéaire, conformément aux observations expérimentales. Le dernier terme traduit l'effet de la triaxialité des contraintes, σ_I étant la contrainte principale maximale et σ_{eq} la contrainte équivalente de von Mises. Une fois les paramètres ajustés, le modèle décrit d'une manière satisfaisante les courbes de fluage ainsi que l'étendue et la répartition spatiale de l'endommagement par rapport aux observations expérimentales (Figure III-35).

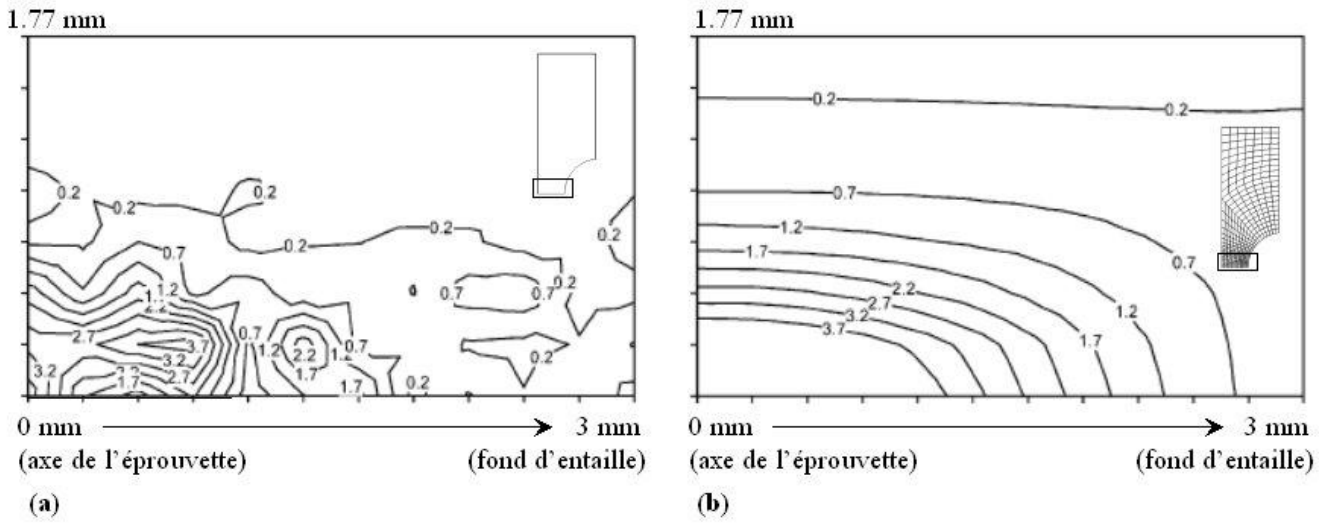


Figure III-35 : Isovaleurs de l'endommagement intergranulaire (a) observé expérimentalement et (b) prédit par le modèle dans une éprouvette de fluage entaillée du matériau écroui, testé à 600°C sous 370 MPa. La réduction de diamètre par fluage est de 0,9%. D'après [J21].

Cette loi est essentiellement valide pour des essais sous chargement mécanique proportionnel. Elle permet de calculer l'endommagement potentiel, en fonction du chargement mécanique et en particulier du préécrouissage et de la triaxialité locale des contraintes, ce qui est indispensable pour évaluer le risque de fissuration de composants soudés pouvant comporter des irrégularités géométriques près de la ZAT.

III.4.2. Aciers à 9% de chrome

Les aciers ferritiques-martensitiques à 9-12% de chrome actuellement utilisés dans les centrales électriques à combustible fossile sont également envisagés comme matériaux de structure pour les futurs réacteurs nucléaires de génération IV. Ils présentent un bon compromis entre coût, résilience, propriétés thermiques et résistance au fluage grâce à une microstructure de martensite revenue durcie par solution solide et par précipitation. La résistance au fluage de ces aciers pour les temps longs (typiquement supérieurs à 10000 ou 20000 heures) est cependant inférieure à celle prédite à partir d'essais sur des temps plus courts, du fait de leur microstructure qui peut se déstabiliser aux temps longs. Les composants soudés, pour lesquels la microstructure de la ZAT a déjà été partiellement déstabilisée par le cycle thermique de soudage et le traitement thermique post-soudage, ont une résistance au fluage inférieure de 20 à 30% à celle du métal de base (ou, pour une contrainte donnée, une durée de vie en fluage dix fois moindre). L'approche locale de la rupture ayant jusque-là été peu appliquée au cas des joints soudés en fluage, nous avons choisi de la développer pour un joint soudé d'acier 9Cr-1Mo-NbV (ASME Grade P/T91) testé en fluage à 625°C, dans le cadre de la thèse de Vincent Gaffard.

Comme pour l'approche locale de la rupture par clivage, le joint soudé a donc été décomposé en « constituants », à savoir le métal fondu, le métal de base et la ZAT la plus sensible, qui est ici la ZAT « intercritique », partiellement austénitisée au cours du cycle de soudage et dont la microstructure de martensite a été fortement restaurée dès le traitement thermique post-soudage (Figure III-36). Les essais sur joint soudé montrant un endommagement par fluage quasiment exclusivement dans cette ZAT, seules les lois d'écoulement en fluage ont été utilisées pour le métal de base et le métal fondu, tandis qu'un modèle incluant l'endommagement par fluage a été identifié sur la ZAT intercritique.

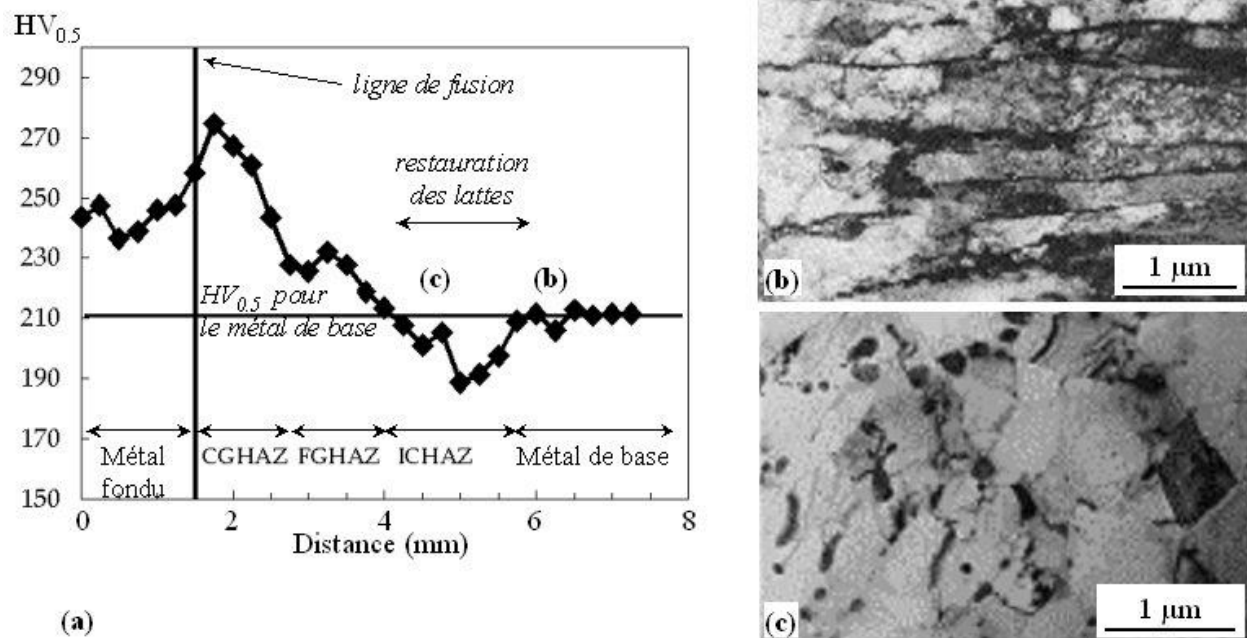


Figure III-36 : Examen du joint soudé après traitement thermique post-soudage : (a) profil de dureté ; (b) microstructure du métal de base ; (c) microstructure de la ZAT intercritique, MET en champ clair, d'après [J22].

Grâce à quelques essais sous vide secondaire et aux observations sur coupes polies, il a été montré que la rupture des éprouvettes de fluage se produisait par germination de microcavités, coalescence de ces microcavités en microfissures interfaciales (Figure III-37a), puis croissance de cavités de type ductile à partir de ces microfissures (Figure III-37b), la rupture finale étant ductile à cupules. Ceci nous a amenés à développer un modèle couplant déformation et endommagement par cavitation dans le cas du fluage [J20]. Afin de bien décrire l'ensemble des essais, la déformation inélastique a été décomposée de manière additive en trois contributions relevant de trois mécanismes de déformation :

- un mécanisme de déformation rapide (régime « quasiplastique »), décrivant la mise en charge initiale, voire la fin du fluage tertiaire ;
- un mécanisme de déformation intermédiaire, en régime dit « viscoplastique », correspondant au fluage dislocations, décrit par une loi de Norton et formant la quasi-totalité de la déformation de fluage ;
- un mécanisme de déformation lent (régime « d »), correspondant au fluage diffusionnel (déjà caractérisé dans la littérature), contribuant très peu à la déformation totale mais potentiellement très nocif en termes de cavitation intergranulaire.

Chacun de ces mécanismes contribue potentiellement à la germination et à la croissance (par conservation de la matière) des cavités de fluage. Le mécanisme « d » est supposé très nocif vis-à-vis de la germination, tandis que la croissance des cavités, tout comme la déformation, est essentiellement assurée par le mécanisme « viscoplastique ».

Les trois contributions à la déformation totale sont calculées en utilisant un potentiel d'écoulement de milieu poreux adapté à une large gamme de vitesses de déformation ainsi que deux variables phénoménologiques d'écrouissage isotrope (sauf pour « d »), décrivant l'écrouissage, puis l'adoucissement par vieillissement métallurgique au cours des essais.

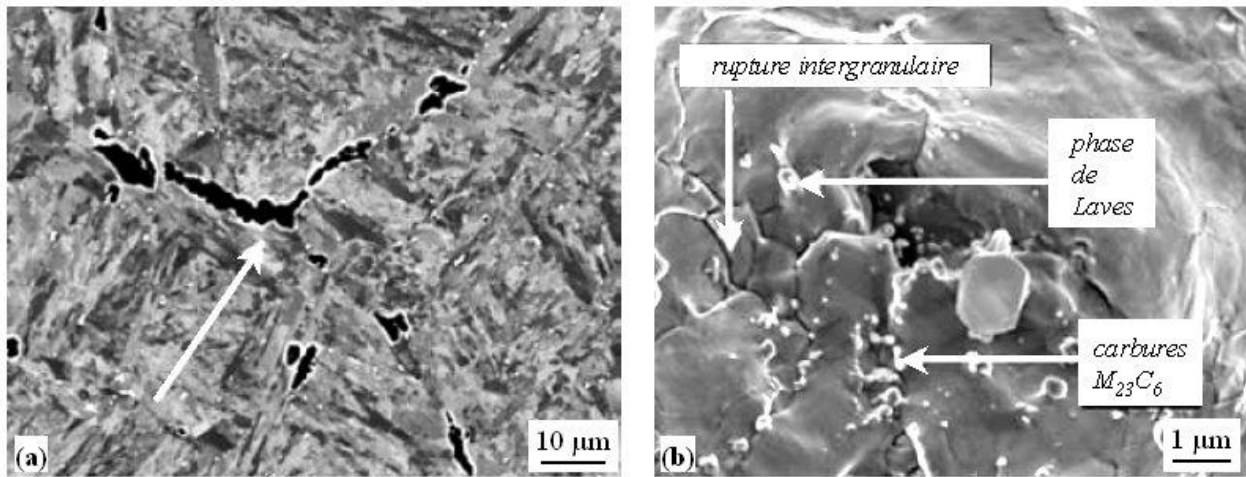


Figure III-37 : Endommagement d'un acier 9Cr-1MoNbV par fluage à 625°C. (a) Germination de cavités et coalescence en microfissures interfaciales (éprouvette entaillée de rayon 1,2 mm, testée à 150 MPa pendant 3000 heures, électrons rétrodiffusés). (b) Détail du fond d'une cupule de rupture ductile au fond de laquelle apparaissent des décohésions intergranulaires (éprouvette plate entaillée testée à 120 MPa pendant 1800 heures sous vide secondaire). D'après [J20].

Les nombreux paramètres de ce modèle ont d'abord été identifiés sur le métal de base, pour lequel un grand nombre de données expérimentales étaient disponibles [J20]. Une stratégie d'identification a été développée et rigoureusement appliquée. Le modèle reproduit d'une manière satisfaisante des faits expérimentaux aussi divers que :

- l'ensemble des courbes de fluage sur éprouvettes lisses et éprouvettes entaillées ;
- l'effet d'entaille sur la résistance au fluage : renforcement pour les entailles les moins sévères, qui est compensé par une accélération de l'endommagement pour l'entaille la plus sévère de rayon 0,25 mm (Figure III-38a) ;
- la localisation spatiale des zones les plus endommagées en fonction de la géométrie des éprouvettes et du niveau de chargement (ou de la durée de vie) (Figure III-38b) ;
- la contribution significative de l'endommagement par germination de cavités via le fluage diffusionnel, aux faibles contraintes : cet endommagement est réparti sur toute la partie utile des éprouvettes, contrairement à l'endommagement lié à la déformation viscoplastique qui est essentiellement localisé près de la surface de rupture.

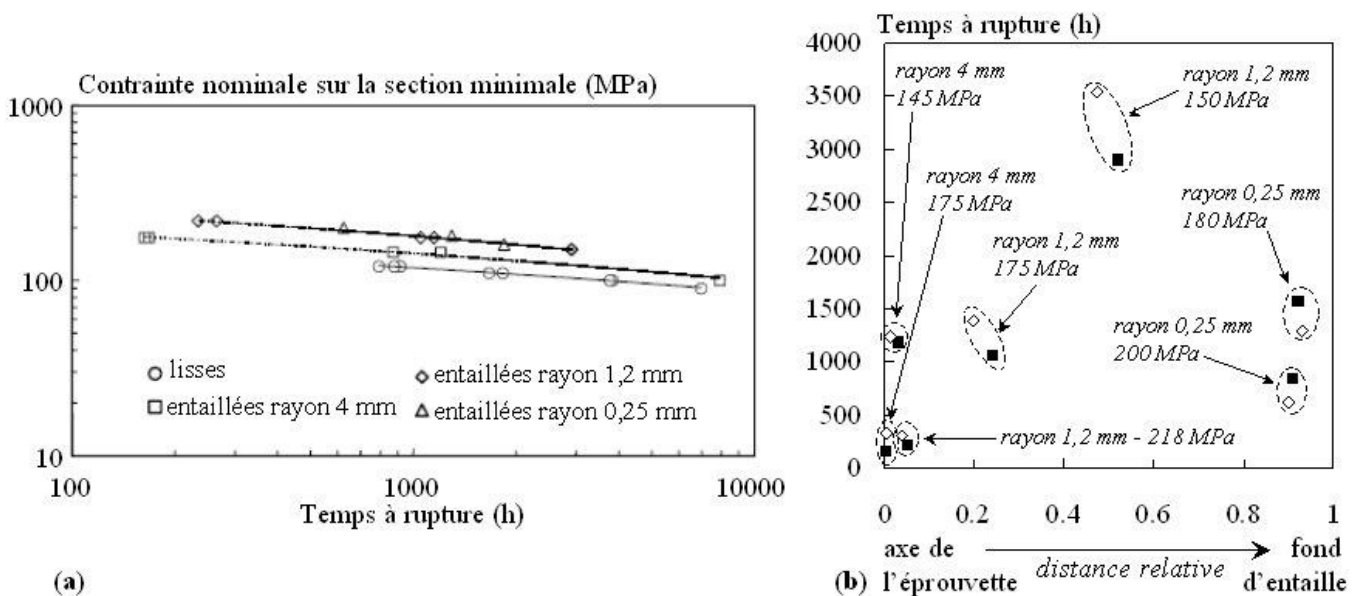


Figure III-38 : Quelques résultats de la modélisation du comportement et de l'endommagement en fluage du métal de base 9Cr-1MoNbV à 625°C. (a) Effet d'entaille sur la courbe de résistance au fluage ; (b) localisation de la zone la plus endommagée au début de la rupture des éprouvettes entaillées (les données à comparer sont cerclées en pointillés : expérience en carrés pleins, prédiction du modèle en losanges évidés), d'après [J20].

Une démarche analogue a été entreprise sur la ZAT intercritique du joint soudé. Afin d'obtenir une quantité suffisante de matériau homogène, cette zone a été reproduite par simulation thermique sur machine Gleeble suivie du même traitement post-soudage que celui subi par le joint réel. La validité de cette reproduction a été vérifiée par comparaison avec la ZAT réelle (dureté, microstructure, microtexture, mécanismes d'endommagement par fluage) [J23]. Le comportement mécanique a été identifié exclusivement sur éprouvettes entaillées, du fait du faible volume de matière de microstructure maîtrisée. A noter que les données de fluage diffusionnel (contraintes inférieures à 70 MPa, vitesses de déformation inférieures à $6.10^{-4}\%/h$ soit environ $1,7.10^{-9} s^{-1}$) ont été acquises au laboratoire grâce à des essais avec sauts de charge pour rester dans des temps raisonnables. Quel que soit le régime de fluage (« vp » ou « d »), la ZAT simulée flue au moins dix fois plus vite que le métal de base pour un niveau de chargement donné. Comme pour le métal de base, le renforcement par effet d'entaille est compensé par l'accélération de l'endommagement pour les entailles les plus sévères.

Le métal fondu, la ZAT et le métal de base une fois caractérisés, le comportement et l'endommagement du joint soudé ont été simulés numériquement à l'aide du modèle complet [CL8]. Le dernier paramètre à ajuster est la taille de la ZAT, l_{ZAT} , puisque l'on ne prend en compte que la ZAT intercritique sans avoir caractérisé le comportement du reste de la ZAT (c'est-à-dire de la partie totalement austénitisée au cours du cycle de soudage). La valeur de l_{ZAT} a été ajustée sur la déformée des éprouvettes lisses de fluage prélevées à travers le joint réel et testées à 60 et 80 MPa sous vide secondaire. On trouve une valeur de l_{ZAT} de 4 mm avant déformation (alors que la ZAT intercritique est plus étroite).

Outre un très bon accord avec les courbes expérimentales de fluage sur joint soudé, les calculs par éléments finis montrent que la ZAT est intrinsèquement moins résistante en fluage que le métal de base et le métal fondu (qui se comporte comme le métal de base) (Figure III-39a), tandis que pour les conditions de soudage étudiées, le joint soudé résiste à peine moins bien en fluage que ne le ferait un matériau constitué uniquement de ZAT intercritique (Figure III-39b).

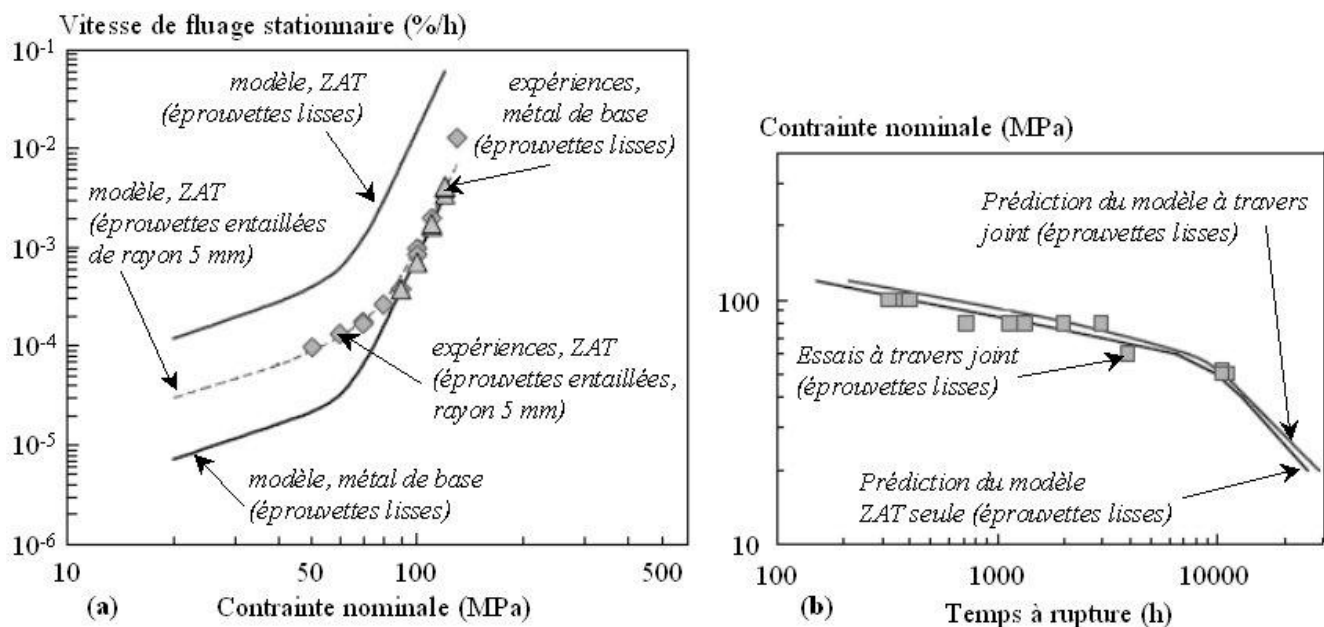


Figure III-39 : Modélisation (a) du comportement en fluage à 625°C du métal de base et de la ZAT simulée (par analyse inverse pour cette dernière à partir d'essais sur éprouvettes entaillées) et (b) des courbes contrainte-temps à rupture, d'après [CL8].

Deux effets coopèrent a priori à la moindre résistance du joint soudé au fluage :

- une moindre résistance « intrinsèque » de la ZAT la plus sensible, du fait de sa microstructure très restaurée (on ne voit même plus les lattes de martensite au MET), avec une contribution plus élevée du fluage diffusif, qui est endommageant en termes de germination de cavités ;
- un effet de structure : par confinement entre le métal de base et le métal fondu moins déformables qu'elle, la ZAT est soumise à des contraintes hydrostatiques plus élevées, ce qui favorise la cavitation et en particulier la croissance des cavités.

La Figure III-39b suggère que le premier effet est prépondérant sur le second, pour le joint soudé et les conditions de fluage étudiés.

Le modèle ainsi établi permet de bien prédire la tenue au fluage du joint soudé d'aciers de Grade ASME 91 à 625°C et plus généralement entre 600 et 650°C pour le métal de base [J20]. Il prédit cependant, pour les temps longs, une chute de la résistance au fluage plus brutale que celle observée expérimentalement : alors qu'elle est attribuée par le modèle à la contribution du fluage diffusif à la cavitation, d'autres phénomènes physiques interviennent aux temps longs sous forme d'un vieillissement métallurgique. A titre d'exemple, l'augmentation de la densité des joints de forte désorientation en quelques milliers d'heures à la fois sur ZAT réelle et ZAT simulée incitent à introduire un tel vieillissement métallurgique dans le modèle. C'est l'objet de la thèse de Clara Panaït qui porte sur un matériau de la même famille (9Cr-0,5Mo-2W-VNb ou Grade ASME 92). L'extension du modèle vers les plus basses températures, plus représentatives des conditions de fonctionnement envisagées dans les réacteurs nucléaires de génération IV, impliquent la prise en compte du vieillissement dynamique (par exemple, sensibilité négative à la vitesse de déformation). C'est l'objet de la thèse de Florian Vivier qui porte sur un acier Grade ASME 91 à des températures inférieures ou égales à 500°C. Comme pour Vincent Gaffard, ces deux thèses comportent à la fois une partie expérimentale importante (essais de fluage sur éprouvettes lisses et entaillées, caractérisation fine de l'endommagement et de l'évolution métallurgique du matériau au cours de ces essais) et un volet modélisation (modification du modèle de Vincent Gaffard et identification des paramètres du nouveau modèle).

III.5. Approche locale de la rupture et transformations de phase : bilan et perspectives

La caractérisation et la modélisation du lien entre microstructure et comportement à l'endommagement et à la rupture des alliages métalliques nécessitent des efforts de recherche permanents du fait de la complexité grandissante et de l'optimisation toujours plus poussée des microstructures. Je compte contribuer à ces efforts de trois manières.

Les techniques de caractérisation nécessaires sont de plus en plus performantes : on peut citer l'apparition, ces dernières années, de techniques en trois dimensions (EBSD couplée à des coupes sériées par faisceau d'ions, tomographie X, diffraction des rayons X en trois dimensions...). La lourdeur des expériences correspondantes nous incite à travailler en étroite collaboration entre plusieurs laboratoires. A titre d'exemple, nous avons entamé une étude en 3D des mécanismes de rupture ductile d'aciers faiblement alliés en collaboration avec des collègues de la Région Rhône-Alpes autour de la ligne ID19 de l'ESRF (Wolfgang Ludwig, Eric Maire, INSA Lyon). Ce type d'activités se développera avec l'arrivée récente, au Centre des matériaux, d'un jeune chercheur CNRS spécialiste de tomographie X (Henry Proudhon). L'un de nos objectifs est, à terme, de relier microtexture, plasticité cristalline et comportement à rupture d'alliages métalliques.

Les éléments de la microstructure à prendre en compte dans la prédiction de l'endommagement et de la rupture sont de plus en plus variés. Dans le cas des aciers à 9-12% de chrome, par exemple, il faut caractériser à la fois la restauration de la matrice et l'évolution de l'état de précipitation à plusieurs échelles pour comprendre la rupture prématurée en fluage de ces aciers, pour les longs temps d'exposition (plus de 10000 heures). De même, les aciers à très haute résistance et les aciers TWIP nous réserveront certainement des surprises dans les deux thèses à venir. L'étude *expérimentale* fine des mécanismes d'endommagement et

de rupture, en lien avec la microstructure, restera donc d'une importance fondamentale dans la suite de mes travaux.

Les moyens de modélisation à mettre en œuvre pour représenter les données expérimentales sont encore très lourds : du fait de l'anisotropie morphologique (par exemple dans le cas des joints soudés) et plastique des matériaux étudiés, les calculs se font presque toujours en trois dimensions. La finesse des maillages nécessaires pour simuler l'amorçage et la propagation des fissures, ainsi que l'absence (pour le moment) de techniques de remaillage sur le code de calcul du laboratoire rendent ces calculs encore très difficiles. Il convient alors d'adopter une démarche pragmatique pour définir le niveau de complexité des modèles à utiliser (et donc des données que l'on souhaite représenter) en fonction des outils que l'on souhaite mettre en œuvre (par exemple, moyens de calcul parallèle).

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Au sein de la vaste discipline qu'est la métallurgie mécanique, nous avons choisi, pendant ces dix années après la thèse, d'explorer, d'une manière originale avec l'arrivée des premiers systèmes d'EBSA automatisés, les liens entre microtexture (ou plus généralement microstructure) et propriétés d'usage, en nous focalisant sur les microstructures issues de transformations de phase. Notre approche a essentiellement été développée sur les microstructures de trempe des aciers. Elle a, nous l'espérons, contribué à éclairer les mécanismes encore controversés de la formation des paquets de bainite et de martensite en lattes. Elle a ensuite été appliquée à une variété croissante de matériaux et couplée à une modélisation du comportement mécanique (plasticité, viscoplasticité, endommagement, rupture) soucieuse de prendre en compte les phénomènes physiques, tout en restant utilisable pour dimensionner ou prévoir la durée de vie de composants.

Les études « de base » sur les transformations de phase sont une tâche de fond qui nécessite un mûrissement important (étude d'un grand nombre de matériaux, tests soignés des hypothèses de modélisation micromécanique) — mûrissement parfois imposé par le caractère plus incertain du financement de telles études. La recherche appliquée sur produits « réels » nous invite, de son côté, à « coller » aux dernières innovations en termes de microstructures (quitte à devenir amateur d'EBSA sur des structures aussi fines que celles des aciers rapides ou de la zircone monoclinique martensitique) et à adapter nos expériences et nos modèles parfois très (trop ?) complexes aux réalités des besoins industriels : le fait de voir une formulation d'un modèle ou une expérience, certes « simplifiée », mais solidement validée par rapport à une version plus complexe, fonctionner pour dimensionner une pièce chez un partenaire industriel est en soi une satisfaction certaine.

EBSA, encore et toujours...

Dix ans après sa première installation dans notre laboratoire, la technique EBSA est actuellement un outil de choix pour la caractérisation des microstructures. J'ai l'intention de la maintenir à un niveau de pointe, notamment en termes d'exploitation des résultats dans des modèles morphologiques ou mécaniques. Je compte aussi la faire partager à un large public, à la fois de jeunes chercheurs en formation et de partenaires non encore équipés ou en cours d'équipement.

Du fait de la relative lenteur de notre système (une analyse prend 2 à 5 secondes...) et de l'occupation intense du MEB FEG qui ne nous laisse que deux à trois cartographies nocturnes possibles par semaine, nous avons dès le début optimisé l'utilisation de cette technique en la subordonnant aux propriétés des matériaux que nous souhaitons étudier (essentiellement la résistance à la fissuration). Nous avons aussi systématiquement développé des méthodes de caractérisation plus légères, par microscopie optique ou électronique, validées par des mesures en EBSA et utilisables chez nos partenaires non équipés de l'EBSA (comme le disait l'un d'entre eux, « l'EBSA du pauvre »). La prospection puis l'arrivée prochaine d'un système plus rapide (plusieurs dizaines d'analyses par seconde, soit un gain de vitesse d'un facteur au moins 50 par rapport au système actuellement utilisé) allègera grandement la tâche d'acquisition des données, du moins sur les microstructures qui ne nécessitent pas l'utilisation d'un MEB FEG. Nous en profiterons pour élargir l'utilisation de l'EBSA comme technique « de routine » au laboratoire. Une campagne intense de formation et d'encadrement des doctorants est prévue dès le début de l'année 2008. Les études concerneront notamment les aciers martensitiques, les superalliages base nickel et leurs revêtements, ainsi que les alliages d'aluminium.

Dans l'indispensable participation aux responsabilités collectives au service du laboratoire, je me ferai un plaisir de continuer à former les utilisateurs de l'EBSA (doctorants comme permanents) et à développer avec eux et pour eux des techniques de dépouillement des données les plus rigoureuses et les plus performantes possible. La diversité des matériaux abordés (céramiques et alliages métalliques) et des problématiques est une invitation permanente à l'élargissement des connaissances. Les deux synthèses bibliographiques que j'ai publiées sur le sujet ainsi que les outils internes associés (tableaux d'analyse des publications) en sont une valorisation importante, que j'ai pu mettre en œuvre tant que les conditions familiales me permettaient ce

genre d'activités vespérales. J'invite ardemment les plus jeunes d'entre nous à rendre ce service à la communauté avant d'être pris dans le tourbillon multiforme de la vie...

Caractérisation des produits de transformation de phase

Outre l'élargissement de l'utilisation de l'EBSD, deux axes de recherche se dessinent pour les années à venir, toujours subordonnés aux mécanismes gouvernant les propriétés finales des matériaux que nous cherchons à caractériser.

Le premier axe est une reprise de la modélisation micromécanique des transformations de phase, profitant des avancées récentes de l'EBSD (notamment en caractérisation en trois dimensions), mais aussi par l'amélioration des modèles comme on l'a vu dans le Chapitre I. L'objectif est à la fois la prévision (et, à plus long terme, la maîtrise) de la texture globale mais aussi l'amélioration des propriétés telles que la résistance à la fissuration par clivage, qui dépendent étroitement de la texture à une échelle très locale (voisinage des grains ou des paquets). C'est l'objet de la thèse de Sophie Lubin. On s'attachera particulièrement aux microstructures dites « de trempe » (bainite, martensite, structures aciculaires) produites par des transformations présentant une composante de cisaillement. La compréhension de la formation des microtextures, notamment de l'arrangement des variants de phase fille au sein d'un ou de quelques grains de phase mère, ainsi que des propriétés mécaniques de chaque phase est une condition indispensable à l'optimisation des propriétés mécaniques, par exemple en s'efforçant de piloter la microtexture via une mise en œuvre appropriée de ces alliages.

Le second axe est un élargissement, via des collaborations internes et externes au laboratoire, de la palette des techniques de caractérisation pour se placer toujours à l'échelle la plus pertinente. On cherchera, là encore, à n'utiliser les techniques les plus lourdes (diffusion centrale des neutrons ou des rayons X au synchrotron, caractérisation par MET de lames minces de matériaux ferromagnétiques...) qu'à bon escient et à développer et valider des techniques de caractérisation plus légères qui seront utilisées plus largement. Initiées notamment au cours du projet de fin d'études de Baptiste Wattiez sur des alliages Al-Zn et de la thèse d'Alexandre Dalloz sur la ductilité des aciers dual-phase, de telles collaborations sont amenées à se développer du fait des microstructures de plus en plus fines et des mécanismes de renforcement de plus en plus complexes. Pour la période 2007-2010, on peut citer le cas des aciers TWIP (thèse de Julie Lorthios), des aciers faiblement alliés à très haute résistance (thèse de Delphine Rêche) et des aciers rapides. Je suis naturellement amenée, pour compléter la caractérisation de ces microstructures, à considérer les produits d'autres transformations de phase tels que précipités ou agrégats obtenus par décomposition monotectoïde ou eutectoïde.

Interactions entre transformations de phase et propriétés mécaniques

Les études expérimentales et numériques de compréhension resteront pour les années à venir et, j'espère, pour longtemps encore le cœur de mon activité de recherche dans ce domaine. Elles impliquent la caractérisation du couplage entre microstructure (microtexture de matrice, état de précipitation, voire structures de dislocations) et propriétés mécaniques. Nous nous intéressons actuellement au comportement des alliages de zirconium à haute température (thèse de Gwénaél Trégo) et à la tenue en fluage d'aciers à 9-12% de chrome en lien avec leur vieillissement dynamique et/ou métallurgique (thèses de Florian Vivier et Clara Panaït), activité qui se développe avec la perspective d'une nouvelle thèse fin 2007 et d'une autre en 2008. A ceci s'ajoutent les expertises qui sont, quand on y recourt avec modération, une source inépuisable de formation à la fois pour les chercheurs, les techniciens et les étudiants à partir de cas réels.

Depuis quelques années je développe, en parallèle à mes propres thèmes de recherche, une activité croissante d'appui « métallurgiste » aux études purement numériques de la plasticité cristalline, de l'endommagement et de la rupture, menées dans notre laboratoire. Les modèles numériques prennent en effet de plus en plus précisément en compte les différents éléments de la microstructure. En étroite collaboration avec mes collègues numériques, notamment Georges Cailletaud, Samuel Forest et Jacques Besson, nous définissons l'échelle et le niveau de complexité, ainsi que les paramètres nécessaires et pertinents à utiliser dans les modèles. Dans la plupart des cas, nous menons une campagne expérimentale pour acquérir les données

correspondantes. Je participe également à l'analyse des résultats issus du calcul pour interpréter le comportement obtenu, le confronter aux données expérimentales macroscopiques et microscopiques afin de valider ou d'améliorer les hypothèses de modélisation.

Outre le découpage le plus astucieux possible des grains d'austénite en paquets de bainite « numérique », citons, pour les années à venir, les modèles traitant le maclage comme une transformation de phase, l'endommagement ductile des alliages de zirconium en situation accidentelle (thèse de Dinh-Trung Doan) ou, prochainement, la rupture intergranulaire semi-fragile d'alliages d'aluminium chargés en hydrogène (thèse d'Edouard Pouillier). Ce sont des occasions privilégiées de collaboration avec les équipes qui développent des modèles numériques parmi les plus pointus en termes de représentation des microstructures et sont très demandeuses de données expérimentales.

Et l'enseignement...

Si les matériaux évoluent très vite, les besoins de l'industrie et de la recherche en matière de jeunes diplômés ainsi que le profil de ceux-ci évoluent au moins aussi rapidement et impliquent un renouvellement permanent du contenu des enseignements, ainsi que des méthodes pédagogiques utilisées. Avec mes collègues enseignants, je m'efforce de maintenir (voire d'éveiller) l'intérêt des élèves ingénieurs « généralistes » vis-à-vis du choix et de la bonne utilisation des matériaux, dans des domaines (production d'énergie, transports, construction mécanique, bâtiment...) où les erreurs de conception sont – à juste titre – de moins en moins tolérées. Quelques dizaines d'heures de cours dans le cursus d'un ingénieur constituent un cadre exigeant qui implique de redéfinir régulièrement le « bagage nécessaire » en fonction des compétences et des intérêts des étudiants.

Avec le développement des moyens d'information, ces enseignements trouvent des prolongements et une plus large diffusion à travers la mise en ligne, sur internet, de supports régulièrement actualisés. Ceci permet aux étudiants un travail « à la carte » à partir des différents outils pédagogiques (supports de cours, corrigés de travaux dirigés, annales d'examens avec corrigés...). Les jeunes diplômés ou les ingénieurs plus expérimentés peuvent également disposer ainsi d'une base de données pour rafraîchir ou actualiser leurs connaissances au fur et à mesure de leurs besoins. Cette forme d'enseignement me paraît d'autant plus importante que le volume horaire consacré aux matériaux dans la formation initiale des ingénieurs tend à diminuer, tandis que la complexité et la variété des matériaux disponibles continuent à croître. Nous avons mis en œuvre cette démarche sur le site créé par Georges Cailletaud et je compte en développer et en diversifier le contenu dans les années qui viennent.

Parmi les étudiants que nous formons, certains choisissent d'approfondir leur formation en sciences et génie des matériaux, au travers des « options » de l'Ecole, de masters recherche ou d'une formation doctorale. Leurs profils sont de plus en plus divers : mécaniciens (voire numériques), physiciens, chimistes, amateurs de polymères, de céramiques ou de métallurgie, attirés par les matériaux « conventionnels » ou par les matériaux émergents (nanomatériaux, biomatériaux)... La réponse à leur demande passe par un tutorat de plus en plus personnalisé pour asseoir leur formation sur des bases suffisamment solides tout en encourageant l'intérêt légitime de chacun pour tel ou tel domaine. C'est ainsi que les activités pédagogiques de l'option et notamment les projets de fin d'études abordent cette année des thématiques aussi diverses que l'endommagement de structures « nid d'abeille » pour l'aéronautique, la caractérisation métallurgique d'objets d'art, l'intérêt potentiel de nanomatériaux et le caractère bactéricide ou virucide de nouveaux revêtements.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- E.C. Bain, "The nature of martensite", *Trans. AIME*, 1924, **70**, 25-35.
- F.M. Beremin, "A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel", *Metall. Trans. A*, 1983, **14**, 2277-2287.
- H.K.D.H. Bhadeshia, *Bainite in Steels*, The Institute of Materials, London, 1992, 9.
- A.S. Bilat, « Estimation du risque de rupture fragile de soudures de pipelines en aciers à haut grade : caractérisation et modélisation », Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2007).
- J.S. Bowles, J.K. Mackenzie, "The crystallography of martensite transformations III. Face-centred cubic to body-centred tetragonal transformations", *Acta Metall.*, 1954, **2**, 224-234.
- B.L. Bramfitt, J.G. Speer, "A perspective on the morphology of bainite", *Metall. Mater. Trans. A*, 1990, **21**, 817-829.
- F. Bron, J. Besson, "Simulation of the ductile tearing for two grades of 2024 aluminum alloy thin sheets", *Eng. Fract. Mech.*, 2006, **73**, 1531-1552.
- J.A. Brooks, A.W. Thompson, "Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds", *Int. Mater. Rev.*, 1991, **36**, 16-44.
- S. Bugat, J. Besson, A. Pineau, "Micromechanical modeling of the behavior of duplex stainless steels", *Comput. Mater. Sci.*, 1999, **16**, 158-166.
- S. Bugat, « Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : Une approche micromécanique », Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2000).
- C. Cabus, H. Réglé, B. Bacroix, "Phase transformation textures in steels", *J. Phys. IV*, 2004, **120**, 137-144.
- V. Calonne : « Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2001).
- J.C. Chassaigne, « Fissuration d'un superalliage base nickel à 650°C sous air : effet de l'oxydation », *Matériaux et Techniques*, 1995, **83**, hors-série de décembre 1995, 53-55.
- J.-C. Chassaigne, « Fissuration à hautes températures du superalliage base nickel N18 élaboré par métallurgie des poudres, étude du couplage mécanique - environnement en pointe de fissure », Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (1997).
- H. Coriou, L. Grall, Y. Le Gall, S. Vettier, « Corrosion fissurante sous contrainte de l'Inconel dans l'eau à haute température », Troisième colloque de métallurgie corrosion, Saclay, 29 juin-1^{er} juillet 1959, North Holland Publishing Company 1960, 161-169.
- L. Devillers-Guerville, J. Besson, A. Pineau, "Notch fracture toughness of a cast duplex stainless steel: modelling of experimental scatter and size effect", *Nucl. Eng. Des.*, 1997, **168**, 211-225.
- J. Drillet, N. Valle, O. Bouaziz, H. N. Migeon, "Three-dimensional analysis of multiphase steels: effect of holding temperature on austenite/martensite island morphology", EUROMAT 2005, Prague, 5-9 septembre 2005 (poster).

- A. Dronhofer, J. Pešicka, A. Dlouhý, G. Eggeler, "On the nature of internal interfaces in tempered martensite ferritic steels", *Z. Metallkd.*, 2003, **94**, 511-520.
- D.A. Douglas, "The effect of environment on high-temperature creep properties of metals and alloys", *Proceedings High-Temperature Materials*, ed. R.F. Hehemann, G. Mervin Ault, John Wiley and Sons, New York, 1959, 429-447.
- C. Duda, « Compréhension et amélioration des conditions de couplage par enduction à grande vitesse entre filaments SiC_{cvd} et alliage base titane ». Thèse de doctorat en physico-chimie de la matière condensée, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I (2004).
- B.F. Dyson, D. McLean, "Creep of Nimonic 80A in torsion and tension", *Met. Sci. J.*, 1977, **11**, 37-45.
- H.J. Frost, M.F. Ashby, "Deformation-mechanism maps", Pergamon Press, Oxford, 1982.
- E. Gautier, S. Denis, C. Liébaut, S. Sjöström, A. Simon, "Mechanical behaviour of Fe-C alloys during phase transformations", *J. Phys. IV (France)*, Suppl. *J. Phys. III*, 1994, Colloque C3, 279-284.
- L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi, "Texture and microtexture analysis of an IMI 834 alloy after thermo-mechanical processing", *Proc. "Ti-2003 Science and Technology"*, 2003, ed. G. Lütjering, J. Albrecht, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2004, 1291-1298.
- L. Germain, N. Gey, M. Humbert, "Reliability of reconstructed β -orientation maps in titanium alloys", *Ultramicroscopy*, 2007, **107**, 1129-1135.
- N. Gey, M. Humbert, "Specific analysis of EBSD data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation", *J. Mater. Sci.*, 2003, **38**, 1289-1294.
- M.G. Glavicic, P.A. Kobryn, T.R. Bieler, S.L. Semiatin, "An automated method to determine the orientation of the high-temperature beta phase from measured EBSD data for the low-temperature alpha phase in Ti-6Al-4V", *Mater. Sci. Eng.*, 2003, **A351**, 258-264.
- M.G. Glavicic, P.A. Kobryn, R.L. Goetz, K.O. Yu, S.L. Semiatin, "Texture evolution during primary processing of production-scale vacuum arc remelted ingots of Ti-6Al-4V", *Proc. "Ti-2003 Science and Technology"*, 2003, ed. G. Lütjering, J. Albrecht, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2004, 1299-1306.
- K. Harste, T. Suzuki, K. Schwerdtfeger, "Thermomechanical properties of steel: viscoplasticity of γ iron and γ Fe-C alloys", *Mater. Sci. Technol.*, 1992, **8**, 23-33.
- G. Hochstetter, « Propagation des fissures à haute température dans un superalliage pour disques de turbomachine (nuance 18). Interactions entre la nature des sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P. M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (1994).
- M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, C. Esling, "Determination of the orientation of a parent β grain from the orientations of the inherited α plates in the phase transformation from body-centred cubic to hexagonal close-packed", *J. Appl. Crystallogr.*, 1995, **28**, 571-576.
- A.M. Huntz, J. Rousselet, C. Quesne, G. Moulin, "Combined or successive effect of a strain and of oxidation of an Ni Cr-16 Fe-8 alloy", *Key Eng. Mater.*, 1988, **17/20**, 3555-3563.
- H. Inoue, T. Koseki, S. Ohkita, M. Fuji, "Formation mechanism of vermicular and lacy ferrite in austenitic stainless steel weld metals", *Sci. Technol. Weld. Joining*, 2000, **5**, 385-396.
- P.J. Jacques, Q. Furnémont, F. Lani, T. Pardoën, F. Delannay, "Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. Characterization and mechanical testing", *Acta Mater.*, 2007, **55**, 3681-3693.

- P. Joly, A. Pineau, "Local versus global approaches to elastic-plastic fracture mechanics. Application to ferritic steels and a cast duplex stainless steel", *Defect Assessment in Components - Fundamentals and Applications*, Mechanical Engineering Publications, London, 1991, 381-414.
- P. Joly, Y. Meyzaud, A. Pineau, "Micromechanisms of fracture of an aged duplex stainless steel containing a brittle and a ductile phase: development of a local criterion of fracture", *Advances in Fracture/Damage Models for the Analysis of Engineering Problems*, ed. J. Giovanola, ASME, New York, 1992, 151-180.
- D. Kaddour, « Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés (alpha et bêta) et biphasé (alpha + bêta) d'un alliage Zr-1 %NbO ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P. M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2004).
- P.M. Kelly, "Crystallography of lath martensite in steels", *Mater. Trans. JIM*, 1992, **33**, 235-242.
- L. Lam Thanh, « Acceptabilité de défauts en rupture fragile dans les soudures d'acier pour tubes : modèles FAD et approche locale », Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P. M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2003).
- F. Lani, Q. Furnémont, T. Van Rompaey, F. Delannay, P.J. Jacques, T. Pardoen, "Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: II. Micromechanical modelling", *Acta Mater.*, 2007, **55**, 3695-3705.
- J.B. Leblond, J. Devaux, J.C. Devaux, "Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: case of ideal-plastic phases", *Int. J. Plast.*, 1989, **5**, 551-572.
- S.K. Liu, G.Y. Zhang, "The effect of Mn and Si on the morphology and kinetics of the bainite transformation in Fe-C-Ti alloys", *Metall. Trans. A*, 1990, **21A**, 1509-1515.
- S.K. Liu, L. Yang, D.G. Zhu, J. Zhang, "The influence of the alloying elements upon the transformation kinetics and morphologies of ferrite plates in alloy steels", *Metall. Mater. Trans. A*, 1994, **25A**, 1991-2000.
- C.P. Luo, G.C. Weatherly, Z.Y. Liu, "The crystallography of bainite in a medium-carbon steel containing Si, Mn and Mo", *Metall. Mater. Trans. A*, 1992, **23A**, 1403-1409.
- K. Madi : « Influence de la morphologie tridimensionnelle des phases sur le comportement mécanique de réfractaires électrofondus ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2006).
- A. Martín-Meizoso, I. Ocaña-Arizcorreta, J. Gil-Sevillano, M. Fuentes-Pérez, "Modelling cleavage fracture of bainitic steels", *Acta Metall. Mater.*, 1994, **42**, 2057-2068.
- J.P. Mathieu, S. Berveiller, K. Inal, O. Diard, "Microscale modelling of cleavage fracture at low temperatures: influence of heterogeneities at the granular scale", *Fat. Fract. Eng. Mater. Struct.*, 2006, **29**, 725-737.
- R. Molins, G. Hochstetter, J.C. Chassaigne, E. Andrieu, "Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature", *Acta Mater.*, 1997, **45**, 663-674.
- S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki, "The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys", *Acta Mater.*, 2003, **51**, 1789-1799.
- S. Morito, X. Huang, T. Furuhashi, T. Maki, N. Hansen, "The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels", *Acta Mater.*, 2006, **54**, 5323-5331.
- F. Mudry, "A local approach to cleavage fracture", *Nucl. Eng. Des.*, 1987, **105**, 65-76.
- Y. Ohmori, Y.-C. Jung, K. Nakai, H. Shioiri, "Bainite transformation and the diffusional migration of bainite/austenite broad interfaces in Fe-9%Ni-C alloys", *Acta Mater.*, 2001, **49**, 3149-3162.

- T. Pardoen, Y. Marchal, F. Delannay, "Thickness dependence of cracking resistance in thin aluminium plates", *J. Mech. Phys. Solids*, 1999, **47**, 2093-2123.
- Y.T. Pei, V. Ocelik, J.T.M. De Hosson, "SiC_p/Ti6Al4V functionally graded materials produced by laser melt injection", *Acta Mater.*, 2002, **50**, 2035-2051.
- F.B. Pickering, "Transformation and hardenability in steels", Climax Molybdenum, Ann Harbor, MI, 1967, 109.
- A. Poulon-Quintin : « Comportement mécanique et microstructure de filaments céramiques alumine-zircone pour applications à haute température ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P.M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2002).
- M. Radu : « Relations entre la microstructure et le comportement mécanique des aciers TRIP pour application automobile ». Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux, Centre des Matériaux P. M. Fourt, Ecole des Mines de Paris (2005).
- S. Raoul, B. Marini, A. Pineau, "Effect of microstructure on the susceptibility of A533 steel to temper embrittlement", *J. Nucl. Mater.*, 1998, **257**, 199-205.
- H. Réglé, N. Maruyama, N. Yoshinaga, "Texture of multiphased steel sheets", Proc. "Advanced high strength sheet steels for automotive applications", Winter Park, CO, 2004, ed. M.A. Baker, AIST, Warrendale, PA, 2004, 239-246.
- P. Reh binder, "New physico-chemical phenomena in the deformation and mechanical treatment of solids", *Nature*, 1947, **159**, 866-867.
- R.W. Revie, H.H. Uhlig, "Effect of applied potential and surface dissolution on the creep behavior of copper", *Acta Metall.*, 1974, **22**, 619-627.
- W.T. Reynolds, Jr., S.K. Liu, F.Z. Li, S. Hartfield, H.I. Aaronson, "An investigation of the generality of incomplete transformation to bainite in Fe-C-X alloys", *Metall. Trans. A*, 1990, **21A**, 1479-1491.
- J. Rice, "The localisation of plastic deformation", Proceedings of the 14th International Conference on Theoretical and Applied Mechanics, ed. W. Koiter, North-Holland, Amsterdam, 1976, 207-220.
- F. Rivalin, J. Besson, A. Pineau, M. Di Fant, "Ductile tearing of pipeline-steel wide plates II. Modeling of in-plane crack propagation", *Eng. Fract. Mech.*, 2000, **68**, 347-364.
- N.D.H. Ross, A.G. Crocker, "A generalized theory of martensite crystallography and its application to transformations in steels", *Acta Metall.*, 1970, **18**, 405-418.
- G. Rousselier, "Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture", *Nucl. Eng. Des.*, 1987, **105**, 97-111.
- N.N. Rykaline, "Calculation of heat flow in welding", Verlag-Technik, Berlin, 1957, 45.
- M. Sarikaya, H. Tokushige, G. Thomas, "Lath martensite and bainite in low alloy steels", International Conference on Martensitic Transformations, ed. I. Tamura, The Japan Institute of Metals, Sendai, 1986, 613-618.
- P. Shahinian, M.R. Achter, "A comparison of the creep-rupture properties of nickel in air and in vacuum", *Trans. Metall. Soc. AIME*, 1959a, **215**, 37-41.
- P. Shahinian, M.R. Achter, "Temperature and stress dependence of the atmosphere effect on a nickel-chromium alloy", *Trans. ASM*, 1959b, **51**, 244-255.

- M.Y. Sherif, C. Garcia Mateo, T. Sourmail, H.K.D.H. Bhadeshia, “Stability of retained austenite in TRIP-assisted steels”, *Mater. Sci. Technol.*, 2004, **20**, 319-322.
- R.L. Stegman, P. Shahinian, M.R. Achter, “The weakening effect of oxygen on nickel in creep rupture”, *Trans. Metall. Soc. AIME*, 1969, **245**, 1759-1763.
- T.J. Su, E. Aeby-Gautier, S. Denis, “Morphology changes in bainite formed under stress”, *Scr. Mater.*, 2006, **54**, 2185-2189.
- D. Tian, L. Pentti Karjalainen, B. Qian, X. Chen, “ Correlation between microstructural features of granular bainite, roughness of fracture surface and toughness of simulated CGHAZ in QT type HSLA steels”, *Scand. J. Metall.*, 1996, **25**, 87-94.
- M. Yoshida, C. Levaillant, R. Piques, A. Pineau, “Quantitative study of intergranular damage in an austenitic stainless steel on smooth and notched bars”, Proc. MECAMAT international seminar on high temperature fracture mechanisms and mechanics, ed. P. Bensussan et J.P. Mascarell, EGF Publications 6, Mechanical Engineering Publications, London, 1990, 3-21.
- M.-X. Zhang, P.M. Kelly, “Accurate orientation relationship between ferrite and austenite in low carbon martensite and granular bainite”, *Scr. Mater.*, 2002, **47**, 749-755.

CURRICULUM VITÆ

Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON

Mariée, deux enfants, 37 ans (née en 1970)

Nationalité : française

Ecole des Mines de Paris, Centre des Matériaux
UMR CNRS 7633, B.P. 87, 91003 EVRY CEDEX
01 60 76 30 66 anne-francoise.gourgues@ensmp.fr

39 bd Joffre
92340 BOURG-LA-REINE
01 45 36 08 37

Maître-assistant à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Centre des Matériaux UMR CNRS 7633 B.P.87 91003 EVRY CEDEX

CURSUS

- 1987-1989 : Classes préparatoires de Mathématiques Supérieures et Spéciales (M'), Neuilly (92).
- 1989-1992 : Ingénieur Civil de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (E.N.S.M.P.), option « Sciences et Génie des Matériaux ».
- 1992-1993 : DEA « Mécanique et Matériaux », Université Paris XIII.
- 1993-1997 : Thèse de doctorat de l'E.N.S.M.P. au Centre des Matériaux P.-M. Fourt (directeur : E. Andrieu), en convention CIFRE avec FRAMATOME et en partenariat avec le BCCN (Dijon). Interactions mécanique-oxydation à haute température dans l'Alliage 600 et application à la fissuration dans le milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression.
- 1999 : Qualification aux fonctions de Maître de Conférences par les sections 28, 33 et 60.
- 03/12/2007 : HDR (soutenance à l'Institut National Polytechnique de Lorraine), Relations entre microstructure, microtexture de transformations de phases et propriétés d'alliages métalliques.

EXPERIENCE PROFESSIONNELLE

- Stage **ingénieur** à SOLLAC (Groupe USINOR, Fos-sur-mer, 13) : Modélisation de l'incidence d'un investissement en coulée continue sur les délais de production des brames à l'aciérie (6 semaines, 1991).
- Stage de **fin d'études** à ELF-ATOCHEM (Serquigny, 28) et au CEMEF (Sophia-Antipolis, 06) : biétirage de films de polymère (EVOH) à l'état solide (3 mois, 1992).
- **Thèse de doctorat** à l'E.N.S.M.P., dont trois mois consacrés en 1995 à la mise au point d'un essai de fatigue-corrosion au Centre Technique FRAMATOME du Creusot (71).
- 1997-juin 1999 : **attachée de recherche non agrégée** à l'E.N.S.M.P., au Centre des Matériaux P.-M. FOURT dans le groupe « Métallurgie Mécanique » dirigé par A. Pineau.
- Printemps 1998 : **séjour post-doctoral** de trois mois à l'**Imperial College** (Londres) : « Etude par EBSD de différentes microstructures d'aciers ».
- Depuis juin 1999 : **Maître-Assistant** à l'E.N.S.M.P. Au sein de l'équipe « Matériaux et Mécanique », animation de l'activité « **Changements de phase et propriétés mécaniques** ».
 - Lancement de l'activité **EBSD** (diffraction des électrons rétrodiffusés) au laboratoire.
 - Enseignement dans le cycle Ingénieurs Civils de l'E.N.S.M.P. : Métallurgie générale (première année), montage du cours Matériaux pour l'Ingénieur (deuxième année).
 - Encadrement : stagiaires (deuxième et troisième années Ecole, DEA/M2R, maîtrise), thèses en collaboration interne au laboratoire (A. Pineau, R. Piques, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy) et externe au laboratoire (A.M. Huntz, Université Paris XI – Orsay, H. Réglé, Université Paris XIII), post-doctorats.
 - Depuis septembre 2006 : Co-responsable de l'option Sciences et Génie des Matériaux à la suite d'André Pineau, Professeur émérite à l'E.N.S.M.P.

DISTINCTIONS

- 2001 Cook-Ablett Award (Institute of Materials, London) pour l'article *Mater. Sci. Technol.* [J4].
- 2004 Prix Jean Rist (SF2M).
- 2004 Best Paper in *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* [J13].

LISTE DES PUBLICATIONS PERSONNELLES ET ACTIVITES D'ENCADREMENT DE PROJETS

Publications

Ouvrages, édition d'actes ou chapitres d'ouvrages :

1. A.F. Gourgues, "Interactions mécanique-oxydation à haute température dans l'Alliage 600 : application à la fissuration dans le milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression". *Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris* (1997).
2. A.F. Gourgues, J.M. Haudin (éditeurs), « *Matériaux pour l'ingénieur* », Presses de l'Ecole des Mines de Paris, 2006, 390 pages. Edition de l'ouvrage, rédaction des chapitres 0 (introduction générale), 1 (structure, défauts), 3 (élaboration), 5 (diagrammes d'équilibre), 7 et 9 (microstructure), 19 (durcissement et renforcement), 20 (traitements thermiques), 24 (corrosion) et 26 (sélection des matériaux par l'ingénieur) ainsi que du glossaire, soit en tout 161 pages.

J : Articles dans des revues internationales avec comité de lecture :

1. A.F. Gourgues, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 dans le milieu primaire des réacteurs à eau pressurisée", *Matériaux et Techniques* (décembre 1995) pp. 40-42.
2. E. Andrieu, B. Pieraggi, A.F. Gourgues, "Role of metal-oxide interfacial reactions on the interactions between oxidation and deformation", *Scripta Materialia*, **39**, 4/5 (1998) pp. 597-601.
3. A.F. Gourgues, E. Andrieu, "Fissuration de l'Alliage 600 assistée par l'environnement dans l'air à 550°C. Application au milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression", *Annales de Chimie - Science des Matériaux*, **24** (1999) pp. 321-328.
4. A.F. Gourgues, H.M. Flower, T.C. Lindley, "Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite and martensite steel microstructures", *Materials Science and Technology*, **16**, 1 (2000) pp. 26-40. Article honoré par le **Cook-Ablett Award 2001** de l'Institute of Materials, London.
5. J.L. Béchade, M.H. Mathon, L. Allais, G. Bouche, A.F. Gourgues, L. Nazé, "Texture of welded joints of 316 stainless steel, multi-scale orientation analysis of a weld metal deposit", *Journal of Nuclear Materials*, **227** (2000) pp. 91-98.
6. A. Lambert, J. Drillet, A.F. Gourgues, T. Sturel, A. Pineau, "Microstructure of M-A constituents in heat-affected zones of high strength low alloy steel welds in relation with toughness properties", *Science and Technology of Welding and Joining*, **5**, 3 (2000) pp. 168-173.
7. A. Lambert, X. Garat, T. Sturel, A.F. Gourgues, A. Gingell, "Application of acoustic emission to the study of cleavage fracture mechanism in a HSLA steel", *Scripta Materialia*, **43** (2000) pp.161-166.
8. R. Parisot, S. Forest, A.-F. Gourgues, A. Pineau, D. Mareuse, "Modeling the mechanical behavior of a multicrystalline zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheet", *Computational Materials Science*, **19** 1-4 (2000) pp.189-204.
9. G. Calvarin-Amiri, A.F. Gourgues, A.M. Huntz, R. Molins, "Effect of environment on the mechanical behavior of Ni-20Cr thin strip", *Materials Science and Engineering A*, **A298** (2001) pp. 200-208.
10. S. Bugat, J. Besson, A.-F. Gourgues, F. N'Guyen, A. Pineau, "Microstructure and damage initiation in duplex stainless steels", *Materials Science and Engineering A*, **A317** (2001) pp. 32-36.
11. A.F. Gourgues, "Overview : EBSD and cracking", **article invité**, *Materials Science and Technology*, **18** (2002) pp. 119-133.
12. A.F. Gourgues, E. Andrieu, "High temperature, oxidation-assisted intergranular cracking resistance of a solid-solution-strengthened nickel base alloy", *Materials Science and Engineering A*, **A351** (2003) pp. 39-55.
13. V. Calonne, A.F. Gourgues, A. Pineau, "Fatigue crack propagation in cast duplex stainless steels: thermal ageing and microstructural effects", *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, **27** (2004) pp. 31-43. **Best Paper published in FFEMS in 2004.**

14. A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel, A. Pineau, "Mechanisms and modelling of cleavage fracture in simulated heat-affected zone microstructures of a high-strength low alloy steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, **35A** (2004) pp. 1039-1053.
15. A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues, A. Pineau, "Austenite to bainite phase transformation in the heat-affected zone of a high strength low alloy steel", *Acta Materialia*, **52** (2004) pp. 2337-2348.
16. D. Kaddour, S. Fréchet, A.F. Gourgues, J.C. Brachet, L. Portier, A. Pineau, "Experimental determination of creep properties of zirconium alloys together with phase transformation", *Scripta Materialia*, **51**, 6 (2004) pp. 515-519.
17. V. Goussery, Y. Bienvenu, S. Forest, A.-F. Gourgues, C. Colin, J.-D. Bartout, "Grain size effects on the mechanical behavior of open-cell nickel foams", *Advanced Engineering Materials*, **6**, 6 (2004) pp. 432-439.
18. M. Radu, J. Valy, A.F. Gourgues, F. Le Strat, A. Pineau, "Continuous magnetic method for quantitative monitoring of martensitic transformation in steels containing metastable austenite", *Scripta Materialia*, **52**, 6 (2005) pp. 525-530.
19. A. Asserin-Lebert, J. Besson, A.F. Gourgues, "Fracture of 6056 aluminum sheet materials: Effect of sheet thickness and hardening behavior on strain localization and toughness", *Materials Science and Engineering*, **A395** (2005) pp. 186-194.
20. V. Gaffard, J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon, "Creep failure model of a tempered martensitic stainless steel integrating multiple deformation and damage mechanisms", *International Journal of Fracture*, **133** (2005) pp. 139-166.
21. Q. Auzoux, L. Allais, C. Caës, B. Girard, I. Tournié, A.F. Gourgues, A. Pineau, "Intergranular damage in AISI 316L(N) austenitic stainless steel at 600 °C: Pre-strain and multiaxial effects", *Nuclear Engineering and Design*, **235** (2005), pp. 2227-2245.
22. V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, "High temperature creep flow and damage properties of 9Cr1MoNbV steels: Base metal and weldment", *Nuclear Engineering and Design*, **235** (2005), pp. 2547-2562.
23. V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, "Creep flow and damage properties of the weak area of 9Cr1Mo-NbV steels at high temperature using a Gleeble 1500 simulator", *ISIJ International*, **45**, 12 (2005), pp. 1915-1924.
24. C. Duda, A.-F. Gourgues, "SEM investigation of the microstructure of SiC/Ti6242 filamentary composites", *Materials Science and Engineering A*, **A435-436** (2006), pp. 530-539.
25. A.-F. Gourgues, "Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations", *International Materials Reviews*, **52** (2007), pp. 65-128.
26. A. Zeghadi, F. N'Guyen, S. Forest, A.-F. Gourgues, O. Bouaziz, "Ensemble averaging stress-strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure-Part 1: anisotropic elastic behaviour", *Philosophical Magazine*, **87** (2007), pp. 1401-1424.
27. A. Zeghadi, S. Forest, A.-F. Gourgues, O. Bouaziz, "Ensemble averaging stress-strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure-Part 2: crystal plasticity", *Philosophical Magazine*, **87** (2007), pp. 1425-1446.

CL : Communications à des conférences avec actes et comité de lecture :

1. A.F. Gourgues, P. Scott, E. Andrieu, "A study of the mechanism of primary water stress corrosion cracking of Alloy 600", présentation orale, *7th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*, éditeurs G. Airey et coll., NACE International, Houston, TX (1995) pp. 829-839.
2. A.F. Gourgues, E. Andrieu, P. Pilvin, P. Scott, "Determination of the high-temperature mechanical behaviour of Alloy 600 in air; applicability to stress corrosion cracking in PWR primary water", *Corrosion-Deformation Interactions'96*, The Institute of Materials (1997) pp. 453-462.
3. A.F. Gourgues, E. Andrieu, "Oxidation-assisted creep of Alloy 600", *Journal de Physique IV (France)* **9** (1999), pp. Pr9-297 à Pr9-304.
4. S. Bugat, J. Besson, A.-F. Gourgues, F. N'Guyen, A. Pineau, "Microstructure and damage initiation in duplex stainless steels", présentation orale, "*Micromechanics and micromechanisms of Deformation and Fracture: honoring Prof. Ali Argon*", *1999 TMS Annual Meeting and Exhibition*, San Diego (mars 1999).

5. A. Lambert, P. Maugis, A.F. Gourgues, T. Sturel, A. Pineau, "Formation of martensite-austenite constituents in the intercritically reheated CGHAZ of a HSLA steel", *Proceedings Euromech-Mécamat 2000*, Metz, France, 26-29 juin 2000, ed. E. Gautier, M. Clavel et F. Dunne, *Journal de Physique IV (France)*, **11** (2001), pp. Pr4-141 - Pr4-148.
6. A.F. Gourgues, V. Calonne, S. Bugat, "Caractérisation cristallographique par EBSD de la microstructure et de la fissuration des aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés", **conférence invitée**, Colloque du Groupe National de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses, Paris, 5-6 décembre 2002, *L'analyse EBSD, Principes et Applications*, ed. J.L. Pouchou, EDP Sciences, Les Ulis, France, pp. 101-109.
7. Q. Auzoux, L. Allais, A.F. Gourgues, A. Pineau, "Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques au voisinage des soudures", 45e Colloque de Métallurgie, Saclay, 25-27 juin 2002, ed. D. Mazière, EDP Sciences, Les Ulis, France, *Journal de Physique IV (France)* **106** (2003), pp. 69-77.
8. V. Gaffard, J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon, "Modelling high temperature creep flow, damage and fracture behaviour of 9Cr1Mo-NbV steel weldments", ECCC Conference on Creep and Fracture in High Temperature Components, Design and Life Assessment Issues, London, 12-14 September 2005, ed. I.A. Shibli, S.R. Holdsworth, G. Merckling, DEStech Publications, Lancaster, PA, 2005, pp.58-70.
9. A. Zeghadi, S. Forest, A.F. Gourgues, O. Bouaziz, "Cosserat continuum modelling of grain size effects in metal polycrystals", *Proceedings in Applied Mathematics and Mechanics* **5** (2005), pp. 79-82.

C : Actes de congrès

1. A. Lambert, A.-F. Gourgues, T. Sturel, A. Pineau, "Fracture toughness of simulated HAZ in HSLA steel welds", *Proceedings EUROMAT 2000*, ed. D. Miannay, P. Costa, D. François, A. Pineau, Elsevier Science, Amsterdam (2000), pp. 97-102.
2. S. Fréchinnet, A.F. Gourgues, T. Forgeron, J.C. Brachet, A. Pineau, "Transformation induced plasticity in zircaloy 4", *Proceedings EUROMAT 2000*, ed. D. Miannay, P. Costa, D. François, A. Pineau, Elsevier Science, Amsterdam (2000), pp. 829-834.
3. G. Bouche, L. Allais, R. Piques, A.F. Gourgues, A. Pineau, "A predictive law to address creep damage in welded joints of 316L(N) stainless steel", *ECF 13, Fracture Mechanics : Applications and Challenges*, San Sebastian, Spain (2000), paper 11.287 ; Elsevier Science, Amsterdam, 2000 (CD-ROM).
4. V. Calonne, A.F. Gourgues, A. Pineau, "Influence of thermal ageing on fatigue crack growth behaviour in cast duplex stainless steels", *ECF 13, Fracture Mechanics : Applications and Challenges*, San Sebastian, Spain (2000), paper 3O.106 ; Elsevier Science, Amsterdam, 2000 (CD-ROM).
5. L. Lam Thanh, R. Piques, A.F. Gourgues, R. Batisse, "Residual stresses and prestrain effet on brittle failure conditions of an X65 base metal pipeline steel", *Proceedings Plasticity'02*, ed. A.S. Khan et O. Lopez-Pamies, Neat Press, Fulton, MY (2002), pp. 612-614.
6. A. Asserin-Lebert, F. Bron, J. Besson, A.F. Gourgues, "Rupture of 6056 aluminum sheet materials : Effect of sheet thickness on strain localization and toughness", *ECF14, Fracture Mechanics beyond 2000*, Crakow, Poland, 8-13 septembre 2002, ed. A. Neimitz, I.V. Rokach, D. Kocanda, K. Golos, EMAS, Sheffield, UK, pp. 97-104.
7. L. Lam Thanh, R. Piques, A.F. Gourgues, R. Batisse, P. Wident, "Investigation of the brittle failure properties of an A42 pipeline steel butt weld : comparison of the base metal, simulated HAZ and weld metal", *ECF14, Fracture Mechanics beyond 2000*, Crakow, Poland, 8-13 septembre 2002, ed. A. Neimitz, I.V. Rokach, D. Kocanda, K. Golos, EMAS, Sheffield, UK, pp. 293-300.
8. Q. Auzoux, L. Allais, A. Pineau, A.F. Gourgues, "Reheat cracking in austenitic stainless steels", *ECF14, Fracture Mechanics beyond 2000*, Crakow, Poland, 8-13 septembre 2002, ed. A. Neimitz, I.V. Rokach, D. Kocanda, K. Golos, EMAS, Sheffield, UK, pp. 137-144.
9. S. Pihan, A.F. Gourgues, M. Piette, "Transformation bainitique induite par le soudage dans deux aciers", Colloque National Matériaux 2002, Tours, 21-25 octobre 2002, Université Technologique de Belfort-Montbéliard 2002, papier AF11-009 (CR-ROM).
10. A.-F. Gourgues, "Microtexture induced by the bainitic transformation in steels during welding. Effect on the resistance to cleavage cracking", **Conférence invitée**, *Thermec'2003*, Leganés-Madrid, Spain, 7-11 juillet 2003, ed. T. Chandra, J.M. Torralba, T. Sakai, *Materials Science Forum* **426-432**, Trans Tech Publications, Switzerland, 2003, pp. 3629-3634.
11. V. Goussery, Y. Bienvenu, S. Forest, A.-F. Gourgues, C. Colin, J.-D. Bartout, "Grain size effects on the mechanical behavior of open-cell nickel foams", *Cellular Metals and Metal Foaming Technology*,

- Berlin, 23-25 juin 2003, ed. J. Banhart, N.A. Fleck, A. Mortensen, MIT-Verlag, Langenhagen, Germany, 2003, pp. 419-424.
12. V. Gaffard, J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon, "Creep failure model of a 9Cr1Mo-NbV (P91) steel integrating multiple deformation and damage mechanisms", *15th European Conference on Fracture (ECF 15)*, Stockholm, 11-13 août 2004, ed. F. Nilsson, ESIS, Torino, Italy, 8 pages.
 13. A.S. Bilat, A.-F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson, G. Richard, A. Pineau, "Brittle fracture in heat-affected zones of girth weld of modern line pipe steel (X100)", *16th European Conference of Fracture (ECF16)*, Alexandroupolis, Greece, 3-7 juillet 2006, 7 pages (CD-ROM).
 14. A. Dalloz, A.F. Gourgues-Lorenzon, A. Pineau, J. Besson, T. Sturel, "Influence of the cutting process on damage in dual phase steels", *Ninth European Mechanics and Materials Conference*, Moret-sur-Loing, 9-12 mai 2006, ed. J. Besson, D. Moinereau, D. Steglich, Presses de l'Ecole des Mines de Paris, Paris, France, 2006, pp. 265-270.
 15. A.S. Bilat, A.F. Gourgues-Lorenzon, A. Pineau, J. Besson, "Microstructures and mechanical properties of simulated heat affected zone in X100 pipeline steel girth welds", *Ninth European Mechanics and Materials Conference*, Moret-sur-Loing, 9-12 mai 2006, ed. J. Besson, D. Moinereau, D. Steglich, Presses de l'Ecole des Mines de Paris, Paris, France, 2006, pp. 135-140.
 16. N. Osipov, A.F. Gourgues-Lorenzon, G. Cailletaud, O. Diard, B. Marini, "Numerical generation and study of synthetic bainitic microstructures", *Colloque National Matériaux 2006*, Dijon, 13-17 novembre 2006, papier CM-13-0916 (CD-ROM).
 17. F. El Houdaigui, S. Forest, A.F. Gourgues, D. Jeulin, "On the size of the representative volume element for isotropic elastic polycrystalline copper", *IUTAM Symposium on Mechanical Behavior and Micro-Mechanics of Nanostructured Materials*, Beijing, China, 27-30 juin 2005, ed. Y.L. Bai, Q.L. Zheng, Y.G. Wei, Springer, Dordrecht, The Netherlands, 2007, pp. 171-180.
 18. A. Dalloz, A.F. Gourgues, A. Pineau, J. Besson, "Influence of the shear cutting process on damage in laboratory dual phase steels developed for automotive application", *Materials Science and Technology 2007*, Detroit, MI, 16-20 septembre 2007, Greyden Press, Columbus, OH, 2007 (CD-ROM).

P : Communications à des colloques sans actes :

1. T. Cassagne, A.F. Gourgues, A. Gelpi, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 : les mécanismes en question" communication par affiche aux *Journées d'Automne de la SF2M* (1993), *La Revue de Métallurgie CIT-Science et Génie des Matériaux* (septembre 1993), p. 1165.
2. A.-F. Gourgues, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 dans le milieu primaire", présentation orale, Premières Journées Jeunes Chercheurs "Corrosion sous contrainte / Fatigue- corrosion", CEA - Fontenay-aux-Roses (1994).
3. A.-F. Gourgues, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 dans le milieu primaire", présentation orale, Réunion d'échanges sur la corrosion sous contrainte des alliages de nickel, EDF - Les Renardières, Moret-sur-Loing (1995).
4. A.-F. Gourgues, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 dans le milieu primaire", présentation orale, Deuxième réunion d'échange sur la corrosion sous contrainte des alliages de nickel, CEA - Fontenay-aux-Roses (1996).
5. G. Calvarin, A.M. Huntz, E. Andrieu, A.F. Gourgues, R. Molins, "Lois de comportement d'un feuillard Ni-20Cr et effet de l'environnement", communication par affiche aux *Journées d'Automne de la SF2M* (1998).
6. A.-F. Gourgues, A. Lambert, "EBSD study of bainite, acicular ferrite and martensite steel microstructures. Application to cleavage fracture resistance of a bainitic HSLA steel", communication orale à la Journée "Bainites" présidée par Dr. H.K.D.H. Bhadeshia, de l'Université de Cambridge (Grande-Bretagne), le 9 mars 1999 à l'I.R.S.I.D. (Maizières-lès-Metz).
7. A.-F. Gourgues, "Introduction à la technique EBSD", **communication orale invitée** au colloque GEMIUS 2000 (réunion utilisateurs du GEMINI), LEO/Ecole Centrale de Paris, Châtenay-Malabry, 13-14 juin 2000.
8. A. Lambert, A.F. Gourgues, A. Pineau, "EBSD study of the mechanism of bainite formation in heat affected zone of HSLA steel welds" communication par affiche aux *Journées d'Automne de la SF2M* (2000), *La Revue de Métallurgie CIT-Science et Génie des Matériaux* (hors-série d'octobre 2000), p. 1-7.
9. Q. Auzoux, L. Allais, A. Pineau, A.F. Gourgues, "Fissuration en relaxation", présentation orale, *Colloque MECAMAT Aussois*, 2001.

10. A.F. Gourgues, A. Lambert, A. Pineau, "Microtextures induites par les transformations austénite-ferrite dans les aciers", communication par affiche aux *Journées d'Automne de la SF2M* (2001), *La Revue de Métallurgie CIT-Science et Génie des Matériaux* (hors-série d'octobre 2001), p. 32.
11. A.F. Gourgues, "Use of electron back-scatter diffraction (EBSD) to study relationship between microstructure and cracking", **séminaire invité**, Imperial College, London, 13 novembre 2002.
12. A. Asserin-Lebert, A.F. Gourgues, F. Bron, J. Besson, "Etude expérimentale et prévision de la ténacité des joints soudés en alliage d'aluminium 6056 pour applications aéronautiques", présentation orale, *Colloque MECAMAT Aussois*, 2003.
13. Q. Auzoux, L. Allais, C. Caës, E. Héripé, A. Pineau, A.F. Gourgues, « Comportement et endommagement des aciers inoxydables austénitiques au voisinage des soudures », présentation orale, *Colloque MECAMAT Aussois*, 2003.
14. I. Bouhaddou, R. Molins, A.F. Gourgues, J. Drillet, S. Allain, T. Iung, "Microstructure or prospective 'carbide-free' bainitic steels with improved mechanical properties", *Ultra-Steels*, 26e Journées Sidérurgiques Internationales, *Revue de Métallurgie* vol. 102, hors-série (2005) pp. 154-155.
15. M. Radu, A.F. Gourgues, E. Vaillant, A. Pineau, « Temperature and stress state effect on strain-induced phase transformation in a low alloy TRIP-aided steel », *Ultra-Steels*, 26e Journées Sidérurgiques Internationales, *Revue de Métallurgie* vol. 102, hors-série (2005) pp. 158-159.
16. J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon, A. Pineau, "Essais de fluage accélérés : emploi d'éprouvettes entaillées", Journées Annuelles de la SF2M, Saint-Etienne, 30 mai-1^{er} juin 2007 (CD-ROM).

Rapporteur pour des journaux internationaux à comité de lecture :

- Acta Materialia
- Computational Materials Science
- International Materials Reviews
- Journal of Engineering and Materials Technology
- Journal of Strain Analysis and Design
- Materials Science and Technology
- Metallurgical and Materials Transactions A
- Nuclear Engineering and Design
- Scripta Materialia

Activités d'encadrement

Participation à des actions de formation continue :

- A.F. Gourgues, "L'EBSD, principe et applications", Journée d'information spécialisée "Microscopie électronique à balayage : derniers développements", Cacemi, 21 mai 2003.
- R. Gicquel, D. Richon, A.F. Gourgues, "Développement durable, formes, structures et matériaux dans le domaine énergétique", Journées de stage LIESSE à l'intention des professeurs des classes préparatoires scientifiques, Ecole des Mines de Paris, 10 juin et 23 octobre 2003.
- A.F. Gourgues, "Présentation de la technique EBSD", stage Cacemi EA-02 (2005, 2007).

Participation à l'encadrement de post-doctorats :

- S. Billard : "Effet d'une population contrôlée d'inclusions sur la transition ductile-fragile en ténacité d'aciers", co-encadrement avec B. Tanguy, février à décembre 2006. Collaboration : Arcelor.
- F. El-Houdaigui, "Dimensionnement d'une charnière multicristalline", co-encadrement avec S. Forest, novembre 2002 à juillet 2004. Collaboration : Sagem.

Participation à des directions de thèses :

- D. Rêche : Relations entre microstructure et aptitude au pliage des aciers à très haute résistance pour application automobile. Encadrement : A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue début 2011. Collaboration : ArcelorMittal.

- E. Pouillier : Rupture intergranulaire semi-fragile en présence d'hydrogène : étude expérimentale et simulations multi-échelles. Encadrement : E. Busso, G. Cailletaud, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2010. Projet ANR blanc en collaboration avec l'ENS Lyon, l'INSA Lyon et l'Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- G. Bosc : Etude de la tenue en fatigue des ressorts de suspension automobile en environnement corrosif. Encadrement : B. Normand (INSA Lyon), A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2010. Collaboration : PSA.
- J. Lorthios : Etude de l'endommagement des aciers TWIP pour application automobile. Encadrement : A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2010. Collaboration : ArcelorMittal.
- C. Panaït : Evolution métallurgique des aciers martensitiques au chrome au cours du fluage. Encadrement : A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson. Soutenance prévue à l'automne 2009. Collaboration : Vallourec.
- G. Trégo : Etude expérimentale et modélisation du fluage d'un alliage de zirconium dans le domaine biphasé $\alpha + \beta$. Encadrement : S. Forest, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2009. Collaboration : CEA Saclay.
- S. Lubin : Sélection de variants en transformation de phase : effets d'une déformation. Encadrement : H. Réglé, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue en janvier 2009. Projet ANR blanc en collaboration avec l'Université Paris 13, l'Ecole des Mines de Saint-Etienne et le laboratoire SIMAP de l'INPG.
- D.T. Doan : Critère d'endommagement et de rupture d'alliages de zirconium en conditions accidentelles de type RIA. Encadrement : J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2008. Collaboration : EDF.
- F. Vivier : Etude expérimentale et modélisation de la tenue au fluage de joints soudés en acier de type P91 modifié. Encadrement : J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue à l'automne 2008. Collaboration : EDF, Areva, CEA.
- A. Dalloz : Critères métallurgiques et micromécaniques d'endommagement et de rupture d'aciers à très haute résistance pour l'automobile. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance prévue le 11 décembre 2007. Collaboration : Arcelor-Mittal.
- A.S. Bilat : Critères d'amorçage et de propagation des fissures dans les ZAT de canalisations à haute résistance. Encadrement : J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 1^{er} juin 2007. Collaboration : CEP&M, Serimer Dasa.
- A. Zeghadi : Effet des gradients de déformation induits par la microstructure sur le comportement mécanique. Encadrement : S. Forest, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 8 décembre 2005. Collaboration : Arcelor.
- M. Radu : Comportement mécanique et stabilité de l'austénite résiduelle d'aciers TRIP pour application automobile. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 21 juillet 2005. Collaboration : Renault.
- A. Asserin-Lebert : Etude expérimentale et prévision des mécanismes de rupture des tôles et des joints soudés bout à bout en alliage d'aluminium 6056. Encadrement : J. Besson, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 18 février 2005. Réseau RNMP « Allègement des structures aéronautiques » (partenaires industriels : EADS, Alcan CRV).
- V. Gaffard : Etude expérimentale et modélisation du comportement et de l'endommagement en fluage à haute température d'un acier 9Cr1Mo-NbV et de son joint soudé. Encadrement : A.F. Gourgues-Lorenzon, J. Besson. Soutenance : 13 décembre 2004. Collaboration : EDF, Areva, CEA.
- D. Kaddour : Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés (α et β) et biphasé ($\alpha + \beta$) d'un alliage Zr-1%NbO. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 13 décembre 2004. Collaboration : CEA Saclay.
- Q. Auzoux : Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues-Lorenzon. Soutenance : 23 janvier 2004. Collaboration : CEA Saclay.
- L. Lam Thanh : Acceptabilité de défauts en rupture fragile dans les soudures d'acier pour tubes : modèles FAD et approche locale. Encadrement : R. Piques, A.F. Gourgues. Soutenance : 6 février 2003. Collaboration : Gaz de France.
- V. Calonne : Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues. Soutenance : 13 juillet 2001. Collaboration : Direction de Sécurité des Installations Nucléaires.

- A. Lambert-Perlade : Etude des mécanismes de rupture par clivage et déchirure ductile d'aciers modernes. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues. Soutenance : 3 mai 2001. Collaboration : Arcelor.
- S. Fréchet : Transformations et comportements du Zircaloy-4 en conditions anisothermes. Encadrement : A. Pineau, A.F. Gourgues. Soutenance : 12 janvier 2001. Collaboration : CEA Saclay.
- G. Calvarin-Amiri : Corrélation entre cinétique d'oxydation, microstructure et comportement mécanique. Application à du feuillard Ni-20Cr, Université Paris XI (Orsay). Directrice de thèse : Anne-Marie Huntz (Université Paris XI). Encadrement : A.M. Huntz, R. Molins, A.F. Gourgues. Soutenance : 20 novembre 1998. Abondement ANVAR.

Encadrement de stages de troisième cycle :

- N. Jeanne : Etude des mécanismes de ruine de flans en acier de très haute résistance soudés par laser pour application automobile, Mastère Spécialisé CoMaDiS, soutenance prévue en septembre 2008. Collaboration : ArcelorMittal.
- H. Orkhis : Effet des inclusions sur la transition en ténacité d'aciers de construction, Master 2 Recherche Matériaux pour les Structures et l'Energie, juin 2007. Collaboration : Arcelor-Mittal.
- B. Chaléat : Comportement à l'usure et propriétés microstructurales d'aciers rapides, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2007. Collaboration : Erasteel Kloster.
- T. Epsztein : Influence du vanadium sur les transformations de phase et la microstructure d'aciers bainitiques pour application automobile, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2006. Collaboration : Arcelor.
- S. Bertrand : Caractérisation métallurgique de nouvelles nuances d'aciers TRIP, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2006. Collaboration : Renault.
- F. Dahmen : Etude des mécanismes d'endommagement et de l'évolution de la microstructure d'aciers de type P91 au cours du fluage à long terme, Master 2 Recherche Matériaux pour les Structures et l'Energie, juin 2006. Collaboration : Vallourec.
- I. Bouhaddou : Intérêt des structures bainitiques dans le développement d'aciers à très haute résistance, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2004. Collaboration : Arcelor.
- S. Naamane : Mécanismes de déformation et loi de comportement d'un alliage de magnésium, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2003. Collaboration : Renault.
- F. Gouby : Etude des mécanismes de déformation d'un alliage de magnésium, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2002. Collaboration : Renault.
- G. Paillart : Amélioration de la ténacité d'aciers bainitiques par contrôle de la transformation bainitique, DEA Mécanique et Matériaux, juillet 2002. Collaboration : Arcelor.
- S. Pihan : Amélioration de la ténacité d'aciers bainitiques par contrôle de la germination de la bainite, Mastère Spécialisé CoMaDiS, septembre 2001. Collaboration : Arcelor.
- A. Lebert : Etude expérimentale et prévision de la ténacité des joints soudés en alliage d'aluminium 6056 : Etude du métal de base, DEA Mécanique et Matériaux, juillet 2001. Réseau RNMP « Allègement des structures aéronautiques » (partenaires industriels : EADS, Alcan CRV).
- M. Radu : Comportement mécanique et stabilité de l'austénite résiduelle d'aciers TRIP pour application automobile, DEA Mécanique et Matériaux, juillet 2001. Collaboration : Renault.
- A. Roudil : Plasticité de transformation dans deux superalliages base nickel pour disques : mise en évidence et étude des mécanismes, DEA Mécanique et Matériaux, juillet 2000. Collaboration : Snecma.
- B. Guéraud : Etude et développement de la technique de diffraction des électrons rétro-diffusés E.B.S.D., DESS Analyse microstructurale des matériaux (Université de Poitiers), septembre 2001. Collaboration : Areva.
- A. Lambert : Mécanismes de rupture par clivage des zones affectées par la chaleur en soudage d'un acier de construction, DEA Mécanique et Matériaux, juillet 1998. Collaboration : Arcelor.

Encadrement de stages de deuxième cycle :

- R. Toth : Etude de la déformabilité de revêtements métalliques sur acier : caractérisation et propositions d'amélioration de cette propriété, travail d'option de troisième année ENSMP, 2007. Collaboration : Arcelor.
- A.L. Fleckenstein : Estimation de la durée de vie, par essais accélérés, de matériels SAFRAN, travail d'option de troisième année ENSMP, 2007. Collaboration : Groupe Safran.

- P. Ducloz, C. Gomès, U. Paramban : Expertise de pièces de freins ferroviaires, travail d'option de deuxième année ENSMP, 2007.
- D. Aparicio-Rivière : Optimisation, par traitement thermique, des propriétés de résistance et de tenue au choc d'aciers martensitiques destinés au forage pétrolier, travail d'option de troisième année ENSMP, 2006. Collaboration : Vallourec.
- B. Wattiez : Influence du magnésium sur les propriétés mécaniques du zinc et des alliages de zinc-aluminium, travail d'option de troisième année ENSMP, 2005. Collaboration : Arcelor.
- P. Gavaille : Acier à très haute résistance pour câbles pneumatiques, travail d'option de troisième année ENSMP, 1999. Collaboration : Eramet.
- A. Capron, J. Edelson, C. Thibault : Fragilisation d'un acier austéno-ferritique par vieillissement à 475°C, travail d'option de deuxième année ENSMP, 1999.
- G. Herman : Déchirure ductile de tôles minces d'un alliage structural aluminium-cuivre, travail d'option de troisième année ENSMP, 1998. Collaboration : Pechiney CRV.
- Q. Auzoux, R. Muzzolini : Fragilisation d'un acier austéno-ferritique par vieillissement à 475°C, travail d'option de deuxième année ENSMP, 1998.
- S. Fréchet, R. L'Amoulen : Etude de trois alliages à mémoire de forme, travail d'option de deuxième année ENSMP, 1995.

Encadrement de stages de premier cycle :

- C. Lagrée : Observation et analyse des Alliages 600, 690, 800 et 304L en lien avec la corrosion sous contrainte en milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression, stage de deuxième année, IUT Mesures Physiques, Université Paris-XI, Centre d'Orsay, 1995.

SYNTHESE DE MES ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

1. Cours, TD, TP

Les principaux enseignements auxquels j'ai participé sont regroupés dans le tableau 1. Ils s'adressent à des étudiants de l'Ecole inscrits soit en cycle Ingénieurs Civils, soit dans le Mastère Spécialisé « Comportement des matériaux et dimensionnement des structures » (CoMaDiS) piloté par le Centre des Matériaux. L'ensemble représente actuellement environ 60h de cours et de TD par an.

Années	Intitulé et <i>cycle de formation</i>	Programme	Forme d'enseignement et charge horaire annuelle	Evaluation
1999-2002	Métallurgie générale <i>Première année, cycle Ingénieurs Civils ENSMP</i>	Elaboration, changements de phase, propriétés mécaniques	Cours interactif en petits effectifs (10 à 20 élèves) (15h) + voyage d'études sur site industriel avec le même groupe	Oral individuel (commentaire de résultats expérimentaux)
depuis 2004	Matériaux pour l'ingénieur <i>Deuxième année, cycle Ingénieurs Civils ENSMP</i>	Formation de base sur l'élaboration, la microstructure et les propriétés des métaux et alliages, des polymères, des céramiques et verres	33h réparties entre amphis à toute la promotion (120 élèves) et TD par groupes de 20 élèves	Examen écrit
2001, 2002	Changements de phase <i>Mastère spécialisé CoMaDiS</i>	Diagrammes d'équilibre, mécanismes et cinétique des changements de phase (diffusionnels, martensitiques)	21h de cours/TD interactifs en petit effectif (moins de 10 élèves)	Examen écrit
depuis 2003	Sélection des matériaux en conception <i>Mastère spécialisé CoMaDiS</i>	Analyse fonctionnelle, rédaction d'un cahier des charges, choix de solutions (matériau, procédé de mise en œuvre) optimisant les propriétés du produit final	21h de cours/TD interactifs en petit effectif (moins de 10 élèves)	Projet individuel ou par binômes sur un objet choisi par les élèves

Tableau 1 : Principaux enseignements auxquels j'ai participé

1.1. Enseignement en second cycle

L'Ecole formant des ingénieurs généralistes, la part de l'enseignement consacrée aux matériaux en tronc commun, en dehors des enseignements de mécanique des milieux continus, prend la forme d'un seul cours (métallurgie en première année jusqu'en 2002, puis matériaux en deuxième année depuis la refonte des cursus en 2003).

Depuis 1999, j'ai participé au cours de « Métallurgie générale » sous la responsabilité de Jacques Lévy, avec la charge d'un groupe d'élèves. J'ai monté des visites chez Creusot-Loire Industries (actuellement Industeel) au Creusot (71), chez Sollac (actuellement Arcelor-Mittal) à Dunkerque (59), chez Pechiney-Rhénalu (actuellement Alcan) à Issoire (63) et chez Montupet et Griset à Creil et Villiers-Saint-Paul (60).

A la suite du départ de Jacques Lévy nous avons monté avec Jean-Marc Haudin, professeur ENSMP basé au Centre d'Etudes et de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF, Sophia-Antipolis), un cours plus largement ouvert aux matériaux, en nous entourant d'une équipe d'une dizaine d'enseignants-chercheurs du Centre des Matériaux et du CEMEF. Le polycopié associé à l'édition 2005 de ce cours a été publié en 2006 aux Presses de l'Ecole des Mines de Paris. L'ensemble des documents (cours, TD corrigés, transparents, annales d'examens corrigés) est disponible sur le site <http://mms2.ensmp.fr> à l'adresse suivante : http://mms2.ensmp.fr/mat_paris/mat_paris.php

En plus de ces deux enseignements, j'assure ponctuellement des séances de quelques heures, en deuxième et troisième année, soit dans l'option Sciences et Génie des Matériaux (SGM), soit dans le cours « Physics and mechanics of random media » sous la responsabilité de Dominique Jeulin. Ces séances portent sur la sélection des matériaux en conception et sur une rapide présentation des techniques de caractérisation des matériaux à différentes échelles.

1.2. Enseignement en troisième cycle

En troisième cycle j'interviens principalement dans le mastère spécialisé CoMaDiS. J'ai d'abord monté un cours sur les transformations de phase ; j'ai ensuite opté pour un enseignement plus proche de la thématique « dimensionnement » de ce mastère, à savoir la sélection des matériaux. Nous avons adopté la méthode « Ashby » en nous appuyant notamment, mais pas exclusivement, sur le logiciel « Cambridge Engineering Selector »® que j'ai fait acheter et pris en main à cette occasion. Les projets des étudiants portent sur des objets aussi divers qu'un tube pour forage pétrolier, un accessoire de sports et loisirs (perche de saut, palme de natation, mousqueton d'escalade) ou une prothèse de hanche.

Après quelques années au sein du DEA « Mécanique et matériaux » du pôle Firtech d'Ile-de-France, j'ai continué avec le master recherche « Matériaux pour les Structures et l'énergie », cohabilité avec une dizaine d'établissements d'enseignement supérieur de la région parisienne. Outre l'encadrement d'étudiants, mon activité consiste essentiellement à faire partie du jury des « Projets de laboratoire » (une dizaine de jours d'activités expérimentales évaluées par la présentation d'un poster) et à servir comme rapporteur lors des soutenances des stages d'initiation à la recherche. J'y ai également certaines années assuré ponctuellement quelques heures d'enseignement, telles que TP de traction, séminaire sur la sélection des matériaux, une demi-journée sur l'évolution de la microstructure dans les aubes de turbine aéronautiques en superalliage base nickel, aperçu sur les méthodes de caractérisation des matériaux.

2. Responsabilité de l'option « Sciences et Génie des Matériaux » du cycle Ingénieurs Civils ENSMP

Parmi les nombreuses options proposées aux élèves du cycle Ingénieurs Civils (une vingtaine pour environ 130 élèves), l'option « Sciences et génie des matériaux » (SGM) représente un flux d'une dizaine d'élèves par an en moyenne, dont une partie importante démarre ensuite sa carrière dans le domaine des matériaux. Depuis la refonte des cursus en 2003, l'option se déroule de la manière suivante :

- En deuxième année : période de 2 semaines en laboratoire sur un projet par binômes (4 semaines dans le cursus d'avant 2003) : découverte des matériaux (avant le cours de tronc commun), premier rapport technique, soutenance orale ; co-tutelle des stages scientifiques des élèves polytechniciens intégrant l'Ecole à la rentrée suivante ; suivi des élèves de l'option lors de leur stage ingénieur d'été.

- En troisième année : période de 4 semaines en octobre (visites, conférences, mini-projet par groupes sur site industriel) faisant l'intersection entre un secteur industriel et les matériaux ; montage, aide à la répartition entre élèves, organisation du tutorat et suivi des projets de fin d'études (janvier, avril-juin, pour tous, plus juillet-novembre pour les polytechniciens) ; évaluation par état d'avancement oral en février, par rapport et soutenance fin juin, par un deuxième rapport et une soutenance finale en décembre pour les polytechniciens.

J'ai régulièrement encadré des élèves soit en deuxième année lors de leur période en laboratoire, soit en troisième année pour leur projet de fin d'études (élèves polytechniciens ou non-polytechniciens), le plus souvent sur des sujets différents de mes sujets de recherche du moment. Cela est surtout vrai pour les projets de fin d'études qui représentent un travail d'ingénieur en entreprise, et non un stage d'initiation à la recherche en laboratoire académique.

Après une année d'observation en 2005-2006, j'ai repris depuis septembre 2006 la responsabilité de l'option SGM à la suite d'André Pineau, avec mes deux collègues du Cemef Jean-François Agassant et Michel Bellet. Il s'agit notamment d'assurer le recrutement des élèves admis sur titres (polytechniciens et universitaires), de proposer et suivre les sujets de deuxième année, d'assurer le co-tutorat des stages des polytechniciens, de monter la période de 4 semaines en troisième année (nous avons changé de secteur en 2006, passant de l'automobile à l'aéronautique), de coordonner le montage, le tutorat et le suivi des projets de fin d'études, et surtout de suivre chaque élève personnellement tout au long de ces deux années de scolarité. Pour l'année 2006-2007 l'option comporte 5 élèves en deuxième année et 14 élèves en troisième année (dont 7 polytechniciens arrivés en septembre 2006).

