

50.376
1967
14

50376
1967
14

T H E S E

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES

DE L'UNIVERSITE DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR 3ème CYCLE

"Mention CHIMIE STRUCTURALE"

par

Guy PLUVINAGE



ETUDE DE LA SUSCEPTIBILITE A LA FRAGILISATION D'UN

ACIER DOUX PAR SES TRANSITIONS DE RESILIENCE

soutenue le : 29 JUIN 1967

M.M. G. TRIDOT, Président

F. MONTARIOL

J. TUDO

} Examineurs

REMERCIEMENTS

Nous prions Monsieur le Professeur Frédéric MONTARIOL de bien vouloir accepter l'expression de notre très respectueuse gratitude pour l'intérêt qu'il a toujours porté à notre travail, et les encouragements qu'il nous a prodigués depuis notre entrée dans son Laboratoire.

Nous remercions respectueusement Monsieur le Professeur Gabriel TRIDOT, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de LILLE, de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du Jury.

Nous remercions respectueusement Monsieur Joseph TUDO d'avoir bien voulu examiner notre travail, et nous faire l'honneur de faire partie du Jury.

Nous voulons aussi remercier tous nos camarades de laboratoire, et nous tenons également à exprimer notre gratitude à tout le personnel du laboratoire pour le dévouement dont il a fait preuve et l'aide qu'il nous a apportée dans nos expériences.

2ème PARTIE :

VARIATIONS DE TRANSITION DE RESILIENCE DANS UN ACIER DOUX EN
FONCTION DES TRAITEMENTS THERMIQUES -

A) - INTRODUCTION :

Nouvelle définition de la rupture mixte

B) - Bimodalité de résilience dans la zone de transition -
cas de l'acier revenu à 600° C

- a) - méthode graphique
- b) - méthode analytique

C) - Transition de résilience avec existence de ruptures
mixtes - acier trempé et acier normalisé -

- 1) - variation de la probabilité d'apparition des
ruptures mixtes avec la température
- 2) - résilience absolue et résilience relative
moyenne.

D) - Relations entre le faciès de rupture, la résilience et
la température.

E) - Acier sans transition de résilience (acier revenu à 150°)

F) - Influence de l'effet d'entaille sur la rupture mixte.

G - Conclusions -

PREMIERE PARTIE - SUSCEPTIBILITE A LA FRAGILISATION
DE L'ACIER X C 12 -

A) - INTRODUCTION :

1° - Notion de fragilité et de fragilisation -

On dit , en général, qu'un matériau est fragile s'il n'est pas possible de le déformer d'une façon appréciable sans provoquer sa rupture.

Cette notion n'implique pas forcément une faible résistance à la rupture. Cette définition est cependant imprécise, car la ductilité d'un matériau dépend des conditions dans lesquelles on cherche à le déformer. Les métaux sont, en général, ductiles ; c'est là un de leurs caractères principaux, mais cependant, dans certaines conditions d'essais, (à basse température, par exemple), ils peuvent être fragiles.

On peut définir la fragilisation comme étant le traitement qui diminue la capacité de déformation dans des conditions données.

Ce traitement peut être de différentes natures :

- un traitement thermique : cas de la fragilisation par précipitation
- un traitement chimique : (exemple : introduction d'hydrogène dans le fer)
- un traitement mécanique : (création de fissures par fatigue)

Par extension, on désigne, sous le nom de fragilisation, la baisse de ductilité ou de résilience qui résulte d'une modification des conditions de traitement d'un métal donné. La fragilité n'est donc pas une propriété intrinsèque du métal, mais dépend des conditions extérieures.

.../...

2° - Fragilité de revenu et susceptibilité à la fragilité -

Nous avons essayé de provoquer la fragilisation de l'acier X C 12 par un traitement constitué d'une trempe suivie d'un revenu. C'est ce que l'on appelle la fragilité de revenu. On ne peut définir cette susceptibilité à la fragilité que si l'on détermine la courbe de la résilience en fonction de la température d'essai. On obtient en général deux séries de valeurs :

- l'une à forte résilience correspondant à des ruptures non fragiles (ductiles ou à nerfs).
- l'autre à faible valeur et correspondant à des ruptures fragiles, c'est-à-dire granulaires.

Ces dernières se rencontrent à des températures plus basses que les premières.

Ces deux séries de valeur coexistent dans un certain intervalle de température et l'on définit la température de transition comme étant celle où l'on obtient cinquante pour cent de rupture granulaire.

Si l'on considère un même métal qui peut présenter ces deux états : l'un fragilisé, l'autre non fragilisé, on peut estimer sa susceptibilité à la fragilisation de deux manières :

- par la diminution de la valeur de la résilience à une température d'essai donnée
- par l'élévation de sa température de transition.

.../...

B - COMPOSITION CHIMIQUE & MICROSTRUCTURE DE L'ACIER XC 12
UTILISE -

L'acier XC 12 utilisé a la composition chimique suivante :

ELEMENTS	POURCENTAGES EN POIDS
C	0,18
Si	0,22
Mn	0,92
P	0,03
S	0,02
Al	0,02
Cu	0,07
N ₂	0,007
Cr	0,09

C'est un acier MARTIN doux non allié. Nous l'avons reçu sous forme de barreaux carrés. A l'état brut de livraison, il présente une structure en bandes due à l'étirage.

Après un recuit de normalisation d'une demi-heure à 925° C, l'examen micrographique fait apparaître la classique structure perlite ferrite, La perlite étant cependant mal résolue au microscope optique par la présence importante du Manganèse. La structure est à grain fin (12 grains environ au mm² soit entre les numéros 7 à 8 de l'échelle Mac Quaid. L'état trempé présente des structures intermédiaires parmi lesquelles on distingue principalement des cristallites de ferrite probainitique de formes parfois irrégulières, des bainites inférieures (aciculaire au granulaire), et parfois un peu de martensite (photo N° 1).

Les courbes de traction ont l'aspect indiqué par la figure 2.

Ce sont là les caractéristiques normales à un acier doux non allié. On remarque que l'on obtient le minimum de ductilité après un revenu à 150° C, ce qui laisse supposer une certaine fragilité.



BUS
VILLE

PHOTO N° I - Echantillon trempé, attaque Nital G = 1030

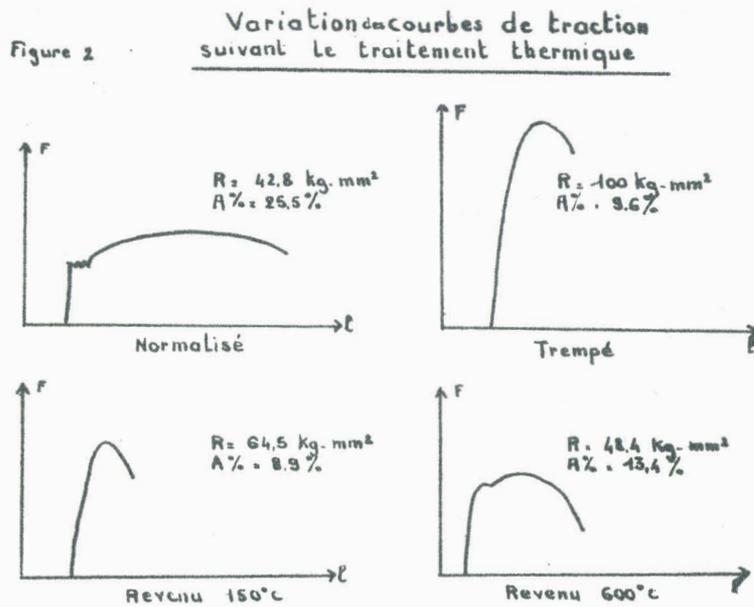


FIGURE 2 - Courbes de traction de l'acier XC 12 pour différents traitements thermiques.

C -- RECHERCHE DU TRAITEMENT THERMIQUE PROVOQUANT LA SUSCEPTIBILITE
MAXIMALE A LA FRAGILISATION DE L'ACIER X C 12 -

Les traitements thermiques pratiqués sont résumés dans le tableau suivant. Ils ont été effectués sous atmosphère d'argon pour éviter la décarburation. Le refroidissement après revenu a été un refroidissement lent au four. Les trempes ont été effectuées à l'eau pure. La durée de chaque revenu a été constante et égale à 1/2 Heure.

	Température de trempa	Température de revenu
N° 1	925°	pas de revenu
N° 2	925°	100°
N° 3	925°	200°
N° 4	925°	300°
N° 5	925°	400°
N° 6	925°	500°
N° 7	925°	600°
N° 8	normalisé 1/2 heure à 925°	

Nous avons utilisé conjointement pour cette étude :

- les propriétés mécaniques : essais de résilience
essais de microdureté
- l'étude micrographique.

.../...

a) - Variation des propriétés de résilience avec la température de revenu -

1) - L'essai de résilience ou de flexion par choc

L'essai de résilience consiste à rompre en un seul coup de mouton pendule, dans les conditions définies par les normes AFNOR A0106, une éprouvette entaillée en U en son milieu et reposant sur deux appuis. On mesure l'énergie absorbée par la rupture dont on en déduit la résilience. Elle est, par définition, égale à ce travail de rupture divisé par la section de l'éprouvette à l'endroit de l'entaille. Elle est exprimée en décajoules par centimètre carré.

Le rôle de l'entaille est de permettre la rupture en un seul choc.

La pendule utilisée a une énergie disponible égale à 15 Kgm.

L'éprouvette U F utilisée a 55 mm de longueur et une section carrée de 10 mm de côté. Elle présente au milieu de sa longueur une entaille en U de 5 mm de profondeur avec un rayon d'entaille de 1 mm. Le plan de symétrie de l'entaille est perpendiculaire à l'axe longitudinal de l'éprouvette. Un usinage préliminaire nous a fourni les barreaux parallélépipédiques de 10,15 à 10,20 mm de section sur lesquels nous avons effectué le traitement thermique.

Les éprouvettes ont reçu leurs cotes définitives par finissage au papier émeri. L'entaille a été faite en exécutant le trou au foret et en la débouchant à la fraise.

La température d'essai était de $20^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$.

L'examen de la courbe résilience fonction de la température de revenu révèle (figure 3).

l'existence d'une gamme de température comprise entre 100 et 200° pour laquelle la résilience est minimale : on constate en effet que la résilience passe par un minimum de 150° C.

- une augmentation de la résilience pour des températures de revenu supérieures à cette gamme suivant une courbe classique. Si l'on se fixe comme état de référence le métal normalisé, sa susceptibilité absolue à la fragilité, par revenu à 150° C, sera de 0,33, la susceptibilité relative à 0,67 (la susceptibilité absolue à la fragilisation est définie par le rapport $\frac{K1}{K2}$ ~~K1~~ - résilience à l'état fragilisé, K2 résilience à l'état non fragilisé.

$\frac{K2 - K1}{K2}$ sera la susceptibilité relative.

Cette susceptibilité est relativement faible, comparée à celle d'un acier au nickel chrome trempé et revenu à 575° C (0,05 et 0,95).

A cette température d'essai, nous constatons qu'il existe deux types de fractures :

- le premier type a un aspect mat et fibreux : ce sont les fractures ductiles dites "à nerfs" ; elles correspondent à des valeurs hautes de résilience et existent à chaque traitement thermique sauf pour le revenu 150° C.

- le deuxième type a un aspect de fracture "mixte". C'est-à-dire une région centrale brillante et d'aspect granulaire comme celui des ruptures fragiles dont la superficie est variable. Cette région est entourée d'une zone fibreuse et mate appartenant à l'autre type de rupture. La valeur de la résilience pour ce type de fracture est plus basse et ces fractures mixtes coexistent avec les fractures ductiles pour les températures de revenu 100 et 200° et pour l'état trempé :

On rencontre uniquement ce mode de rupture pour la température de revenu 150° (photo N° 2)

- aucun échantillon n'a présenté à cette température d'essai, un faciès de rupture entièrement granulaire.

.../...



Photo N° 2 - Cassure d'éprouvettes revenue
1/2 Heure à 150° C après trempe
fracture mixte.

L'examen des valeurs individuelles de résilience montre une certaine dispersion.

Elle peut être dûe :

- à une variation de la profondeur d'entaille
- à l'erreur de la lecture sur l'échelle de graduation
- au défaut de position de l'éprouvette sur les appuis
- à l'énergie absorbée par le barreau sous forme cinétique ou calorifique.
- à l'hétérogénéité propre du matériau, qu'elle soit chimique ou de trempe.

En effet, l'examen des valeurs de l'écart moyen relatif semblerait prouver une certaine hétérogénéité dûe à la trempe.

On constate que la dispersion est faible pour l'état normalisé et l'état revenu à 600°, états pour lesquels l'hétérogénéité de trempe n'existe pas ou presque plus. On sait d'autre part que l'acier XC 12 a une très faible trempabilité.

En définitive, un traitement de revenu après trempe dans une gamme de température comprise entre 100 et 200° amène une susceptibilité à la fragilisation par apparition d'un mode de rupture "mixte" qui possède des valeurs de résilience plus basse, ceci à la température ambiante utilisée pour les essais. La résilience obtenue après un revenu à 150° c vérifie bien cette constatation.

b) Aspect des ruptures mixtes en coupes nickelées -

La détermination du type de rupture peut être facilitée par l'examen de son profil au microscope optique. Pour éviter que le traitement mécanique et le polissage nécessaires à l'obtention de cette coupe ne modifient son profil, on dépose par électrolyse un film de Nickel sur la rupture.

L'électrolyte a la composition suivante :

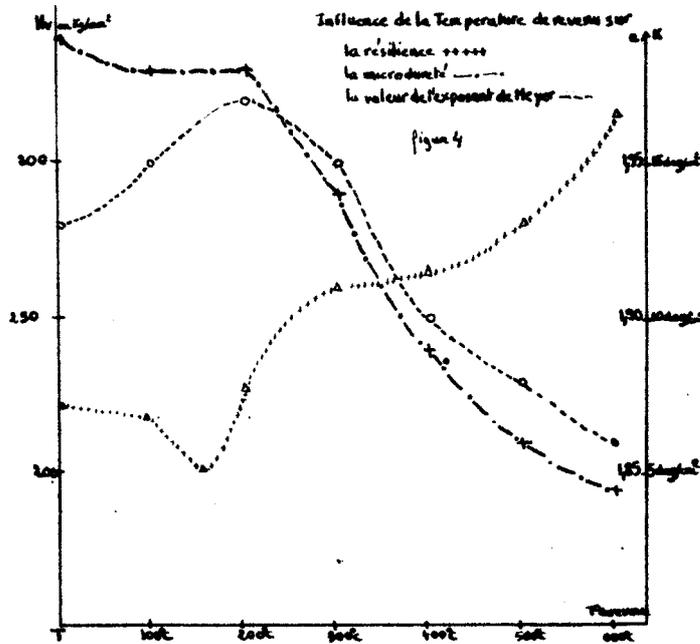
SO ₄ Ni 7 H ₂ O	25,5 g
SO ₄ (NH ₄) 2	16,7 g
CL Na (NH ₄) 2	10 g
BO ₃ H ₃	10 g
H ₂ O	1000 cc

L'échantillon à la cathode est disposé parallèlement à une anode de Nickel, la tension d'utilisation est comprise entre 1 et 2 volts. Une durée d'électrolyse de quelques heures est suffisante.

La photo N° 3 représente une éprouvette trempée et revenue à 150° C cassée à 180° C : un mode de rupture intergranulaire accompagne la rupture par clivage, conséquence de la basse température de l'essai.

La photo N° 4 montre les coupelles et les cônes caractéristiques d'une rupture ductile qui s'accompagne également d'une déformation plastique du métal.

Une coupe Nickelée effectuée dans la zone de transition d'une éprouvette à cassure mixte (photo N° 5) confirme que cette fracture est constituée de la juxtaposition des deux modes décrits précédemment.



- 19 -

Figure n° 4 - Influence de la température de revenu sur :

- la microdureté
- la valeur de la résilience
- la valeur de l'exposant de Meyer



Photo n° 3 - Coupe nickelée d'une éprouvette trempée et cassée à la température ambiante $G = 900$



Photo N° 4 - Coupe Nickelée d'une éprouvette trempée et revenue à 150° C cassée à l'ambiante G = 900



PHOTO N° 5 - Coupe Nickelée d'une éprouvette trempée et revenue à 150° C cassée à l'ambiante G = 900

c) Application de la microdureté à la fragilité de revenu -

1° - Théorie -

Introduction :

La dureté obtenue par empreinte est la résistance qu'une matière oppose à la pénétration d'un autre corps, dit pièce d'empreinte appliquée par une force connue. Cela suppose évidemment que la pièce d'empreinte soit elle-même d'une dureté telle qu'elle ne soit pas déformée lors de la pénétration. La mesure de dureté, ce que l'on appelle couramment dureté (H) est le nombre représentant la valeur du rapport de la force qui agit sur la pièce d'empreinte sur la superficie S (à trois dimensions) d'une empreinte durable.

Cette force est exprimée sous la forme d'un poids P (en kilos), la superficie en millimètres carrés ; la dureté a donc les dimensions d'une pression et s'exprime par la formule générale :

$$H = \frac{P}{S} \quad \text{Kg/mm}^2$$

La macrodureté Vickers est déterminée par pénétration d'un diamant qui a la forme d'une pyramide de base carrée et d'angle au sommet de 136°, ceci à l'aide d'un poids important, de plus de 10 Kg. en général.

La microdureté Vickers utilise un pénétrateur identique mais la force appliquée est beaucoup plus petite : elle varie entre 1 et 100 g.

L'enfoncement du diamant produit dans la pièce soumise à l'épreuve une empreinte qui a la forme d'une pyramide creuse de base carrée (photo N° 6) et ayant un angle au sommet (a) de 136°. Comme la forme géométrique de l'empreinte pyramidale est connue, il est facile d'en calculer la superficie après mesure de la diagonale (d) de la base carrée .

$$S = \frac{d^2}{2 \sin \frac{a}{2}} = \frac{d^2}{2 \sin 68^\circ} = \frac{d^2}{1,8544}$$

La valeur de la dureté Vickers est alors donnée par la formule :

$$Hv = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad \text{kg/mm}^2 \quad (I)$$

La macrodureté indépendante de la charge -

On constate dans les mesures de macrodureté que les mesures sont à peu près indépendantes de la charge appliquée et que la surface de l'empreinte est proportionnelle à cette charge.

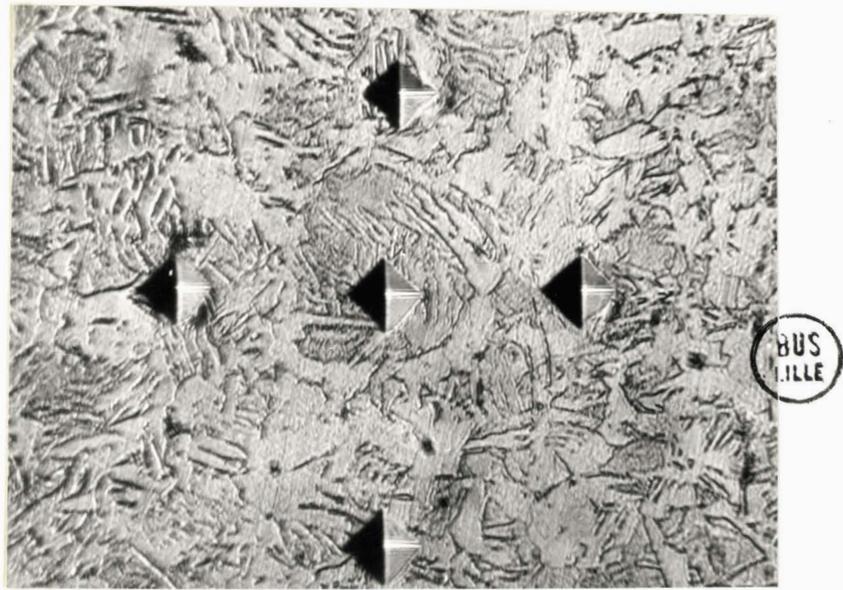


Photo n° 6 - empreinte de microdureté sur échantillon trempé
charge = 20 g Grossissement = 600

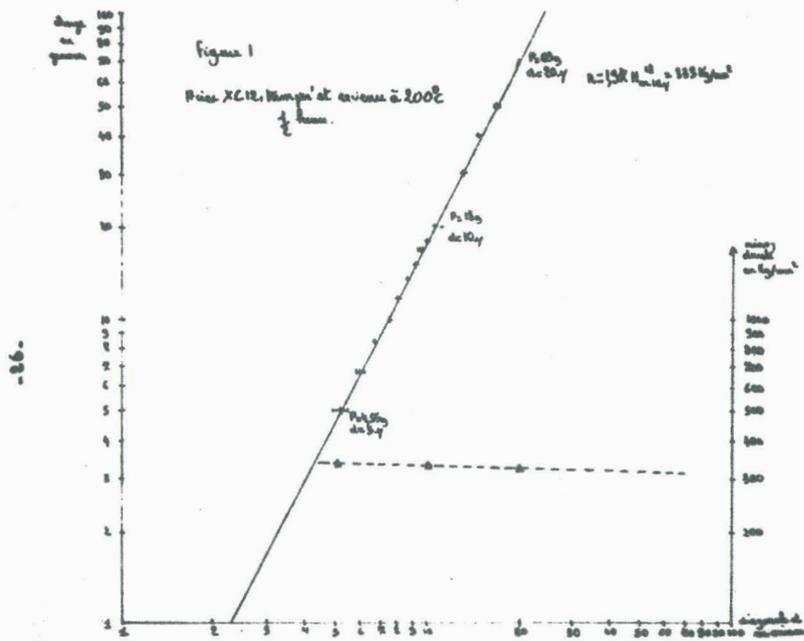


Figure n° I - courbe charge - diagonale de l'empreinte
échantillon trempé et revenu à 200° C.

.../...

Ceci est la loi de similitude de Kick

$$P = a d^2 \quad (2)$$

Le facteur a est une constante dont la valeur ne dépend que de la matière essayée et de la forme de l'empreinte. La seule condition pour que cette loi soit vérifiée est que les formes d'empreintes obtenues avec des poids différents soient entre elles dans un rapport de similitude, comme cela se produit dans le procédé Vickers, mais non pas dans le procédé Brinell qui utilise une bille comme pénétrateur.

On obtient donc en combinant les 2 relations 1 & 2

$$Hv = 1,8544 a \text{ Kg/mm}^2$$

La microdureté Vickers fonction de la charge -

Hormis le cas relativement rare d'une matière contenant des cristaux individuels très gros, chaque empreinte en macrodureté atteint simultanément un très grand nombre de constituants cristallins et l'on obtient un résultat d'intégration. Seule la microdureté mettant en oeuvre des charges beaucoup plus faibles donne des empreintes si petites que chacune d'elles ne s'étend que dans les limites d'un seul constituant cristallin. Ceci permet d'obtenir la dureté individuelle de chaque cristal, mais ce genre de mesure ne pourra se faire qu'au microscope. La différence fondamentale entre micro et macrodureté est que la première, bien que représentant une propriété de la matière, dépend de la charge. La loi de similitude de Kick n'est plus valable et elle est remplacée par la loi exponentielle de Meyer :

$$P = a d^n \quad (3)$$

P : la charge

d : la diagonale

Le coefficient n, dit exposant de Meyer, est une constante qui dépend de la matière essayée. Le facteur (a) a la même signification que dans la loi de Kick.

.../...

Les relations (1) et (3) donnent donc :

$$H_m = 1,8544 ad^{n-2} \text{ Kg/mm}^2 \quad (4)$$

Toutefois, par raison de commodité, les charges étant exprimées en gr et les diagonales d'empreinte en microns, on utilise la formule suivante pour calculer la microdureté :

$$H_m = 1854,4 \frac{P}{d^2} \text{ Kg/mm}^2$$

L'exposant ne peut être inférieur, supérieur ou égal à 2. Les valeurs de n égales ou supérieures à 2 étant très rares.

La relation (3) $P = ad^n$ permet de tracer la droite de Meyer. En effet, en prenant le logarithme, on parvient à une relation linéaire entre Log P et Log d à savoir l'équation (5)

$$\text{Log } P = n \text{ Log } d + \text{Log } a$$

Cette équation a l'avantage de se présenter dans un système de coordonnées logarithmiques sous forme d'une droite dite "de Meyer".

Cette droite monte sous un angle très grand de la gauche vers la droite et la tangente de cet angle nous permet de déterminer "l'exposant de Meyer". Pour chaque échantillon, nous donnerons la valeur de la microdureté correspondant à une diagonale de 10 microns ainsi que la valeur de l'exposant de Meyer.

2° - L'APPAREIL -

Le micro-duromètre utilisé est du type "Reichert" adaptable sur le microscope métallographique. L'échantillon étant rendu solidaire de la platine à l'aide d'une pince, le micro-duromètre se place dans le guide des objectifs du microscope et comprend 2 parties : un objectif servant à l'examen de la surface de l'échantillon et de l'empreinte, et un pénétrateur constitué par un diamant pyramidal.

.../.

Ces 2 éléments , par un déplacement latéral, viennent tour à tour se placer dans l'axe optique du microscope. En agissant sur la vis micrométrique, on fait pénétrer le diamant sur la surface de l'échantillon exactement à l'endroit où l'axe optique de l'objectif traversait le plan de la surface. La force appliquée par le pénétrateur a la même valeur que la force qui appuie sur lui, d'après le principe de l'action et de la réaction. La lecture de cette force se fait à l'aide d'une échelle de lecture visible lorsque le diamant est appuyé contre la pièce, donnant écrasement d'un ressort.

Un étalonnage préalable de cette échelle se fait en disposant sur le duromètre une série de poids continus. Dans le champ de l'oculaire de mesure, on aperçoit 2 angles droits mobiles l'un par rapport à l'autre, qui peuvent être déplacés de quantités mesurables à l'aide d'une vis micrométrique, l'amplitude du déplacement se lisant sur un tambour gradué. Le carré formé permet d'encadrer exactement l'empreinte et d'en connaître la valeur de la diagonale.

3° - Différentes sources d'erreur dans les mesures de micro-dureté et leur influence dans la réalisation pratique des pointes;

Les mesures de microdureté, pour être reproductibles, et ne pas présenter une dispersion trop importante, doivent être exécutées avec soin et le nombre d'empreintes réalisées doit être assez grand. Chaque courbe tracée a nécessité l'application de 15 charges différentes au pénétrateur, chacune de ces charges a été appliquée 3 fois pour des valeurs de diagonales supérieures à 8 microns. Ce nombre s'est élevé jusqu'à 6 pour des valeurs inférieures à cette limite (c'est-à-dire pour une erreur relative supérieure à 7 %.)

.../...

L'ensemble de l'étude a nécessité un millier de pointés, la moitié des courbes ayant été refaite pour vérifier la reproductibilité.

Pour opérer avec le maximum de précision, il nous est apparu indispensable de connaître et d'éviter dans la mesure du possible, les sources d'erreurs inhérentes à cet essai physique.

D'après BUCKLE (4), nous avons pu classer celles-ci en deux types :

a) - les erreurs systématiques :

elles reposent sur l'appareil et sa conception -

- erreur sur la charge : cette erreur est pratiquement négligeable, elle est de l'ordre de 0,5 % pour la charge la plus faible (5 g) et 0,05 % pour les charges les plus fortes (50g). Nous avons cependant pris soin de vérifier toutes les deux ou trois séries de mesure, la courbe d'étalonnage et nous n'avons constaté aucune variation appréciable au cours du temps.

- erreur sur la mesure de la diagonale de l'empreinte c'est la cause d'erreur la plus importante, les mesures sont limitées par le pouvoir de résolution du microscope (environ 0,3 μ m).

Cela représente une erreur relative de 11 % pour une valeur de 5 microns et de 6 % pour 10 microns. Nous avons cependant évité d'augmenter celle-ci en veillant rigoureusement à la nature de l'éclairage (c'est-à-dire en utilisant toujours la même intensité de lumière, la même longueur d'onde et en repérant soigneusement les positions des diaphragmes). Le système de mesure constitué par les deux lignes brisées entraîne une erreur supplémentaire qui dépend du grossissement et de la finesse de cette ligne. Nous l'avons rendue pratiquement négligeable en opérant chaque fois d'une manière identique et en vérifiant par le déplacement du carré formé que le bord interne de celui-ci coïncidait avec la périphérie de l'empreinte.

b) -- les erreurs accidentelles --

Elles sont nombreuses et ne peuvent être évitées qu'en apportant un grand soin à la préparation de nos échantillons et dans la réalisation de l'empreinte.

-- influence de la nature du polissage --

un polissage mécanique produit un derme écroui qui a tendance à augmenter la dureté. Ce derme écroui a environ une épaisseur de 10 microns. Nous avons donc essayé de l'éliminer par une série d'attaques poussées au réactif "Nital". Chaque échantillon a été attaqué 3 fois et repoli sur disque enduit de pâte de diamant.

-- influence de l'attaque --

une attaque trop poussée produit une surface trop rugueuse qui peut avoir tendance à élargir l'empreinte.

Nous avons donc pratiqué des attaques juste suffisantes pour révéler la structure.

-- influence de la durée et de la vitesse de mise sous charge --

Il est évident que le métal flue sous la contrainte exercée pendant un certain temps. Cela nécessite donc une période standard de mise sous charge ni trop courte, ni trop longue à cause des vibrations.

Nous avons constamment utilisé une période de 10 secondes.

D'autre part, une trop grande vitesse de mise sous charge ajoute de l'énergie cinétique et l'erreur produite augmente quand la longueur de l'empreinte diminue (d'après BUCKLE , cette erreur serait proportionnelle à

$$\frac{mv^2}{Pd}$$

Une vitesse de 1 à 20 microns par seconde est donc seule acceptable.

- Influence des vibrations -

Les vibrations sont très néfastes pour les mesures car elles réduisent les frottements et élargissent les empreintes. Nous avons donc monté notre microscope sur balles caoutchoutées.

Pour obtenir les points les plus alignés possibles sur la droite de Meyer, nous n'avons pas tenu compte des valeurs inacceptables avec la moyenne. C'est là cas heureusement rare d'empreinte réalisée à la limite d'un joint de grain.

4° - Résultats -

Les droites de Meyer relatives à chaque traitement thermique peuvent être tracées sans grande équivoque, les points sont suffisamment bien alignés. Le tableau suivant résume les variations de l'exposant de Meyer et de la valeur de la microdureté en fonction de la température de revenu. La figure I représente cette droite de Meyer, relativement à l'acier revenu à 200°.

	trempe	revenu 100°	revenu 200°	revenu 300°	revenu 400°	revenu 500°	revenu 600°
Valeur de l'exposant de Meyer	1,93	1,95	1,97	1,95	1,90	1,88	1,86
Microdureté pour une empreinte de 10 Microns	340 ± 20	330 ± 20	330 ± 20	290 ± 17	240 ± 14	210 ± 12	195 ± 10

L'évaluation de l'erreur commise sur la valeur de l'exposant de Meyer se fait en traçant l'enveloppe des courbes susceptibles de répondre au tracé de la droite de Meyer. L'erreur maximale commise a été estimée à ± 0,02.

L'erreur commise sur la valeur de la microdureté ramenée à une empreinte de 10 microns est alors simplement liée à la connaissance de la précision obtenue sur le coefficient n.

D'après la formule précédente : $H = Kd^{n-2}$

$$\frac{\Delta H}{H} = (n-2) \frac{\Delta d}{d} + \Delta n \text{ Log}d$$

Or, l'erreur commise sur l'empreinte est alors nulle puisque la diagonale de l'empreinte est fixée :

$$\frac{\Delta H}{H} = \Delta n \text{ Log}d \quad \text{soit } 6 \%$$

La courbe de l'exposant de Meyer en fonction de la température de revenu présente un maximum pour la température de revenu de 200°. La comparaison de cette courbe avec les valeurs de résilience semblerait vérifier l'hypothèse énoncée par BUCKLE (3)

D'après lui, une augmentation de la valeur de l'exposant de Meyer serait en relation étroite avec l'apparition de fragilité. L'acier XC 12 vérifie donc cette hypothèse. La courbe de dureté décroît avec la température ce qui est normal puisque l'on sait que la dureté n'est pas affectée par la fragilisation.

C) - Etude micrographique de l'influence de la température de revenu -

1) - Principales théories sur les mécanismes de la fragilité de revenu.

Les hypothèses avancées jusqu'ici sont très discutées et aucun accord n'a pu être atteint sur l'explication du phénomène. Les théories suivantes s'affrontent sans qu'elles parviennent à s'imposer.

Un des mécanismes les plus couramment avancés est que la fragilisation pourrait être due à une précipitation aux joints de grains de l'ancienne austénite. On énonce les possibilités de précipitation de :

- cémentites ou de carbures divers
- nitrures
- composés phosphoreux.

L'augmentation de résilience qui apparaît ensuite serait liée à la croissance dans les trois dimensions de ces précipités.

L'hypothèse de ces mécanismes se heurte à l'objection qu'aucun des précipités n'a pu être décelé au microscope électronique ou par autoradiographie.

On pourrait attribuer ces décohésions intercrystallines à une ségrégation aux joints des grains par un phénomène d'absorption d'éléments en solution dans la matrice.

Selon un second mécanisme, la fragilisation pourrait être due à une modification du réseau par un début de formation des précipités, le réseau du métal fragilisé étant légèrement plus petit qu'à l'état non fragile.

D'autre part, KADOU et ROSENTHAEL (6), par des travaux sur le frottement interne, pensent que le carbone interagit très fortement avec les dislocations qu'il bloque et empêche ainsi la déformation plastique.

Les surfaces internes dans les métaux présentant fréquemment des propriétés particulières, nous penchons pour la première hypothèse et nous avons essayé d'établir une relation entre l'aspect micrographique et la susceptibilité à la fragilisation.

2) - Variation de l'aspect micrographique avec la température de revenu -

Après une attaque au réactif Nital (2 % d'acide nitrique dans alcool éthylique), l'examen au microscope optique permet de suivre l'évolution de la structure de trempe (fortement bainitique), en fonction de la température de revenu.

- jusque 150°, aucune modification structurale notable n'est visible (photo N° 7)
- dès 200°, on constate un début de ponctuation des lamelles de bainite.

Un revenu à 300° C entraîne une augmentation des plages ferritiques se développant au détriment des plages bainitiques.

Les revenus aux températures supérieures donnent une disparition de plus en plus importante des lamelles de bainite dont les éléments restant ponctuent les plages ferritiques qui s'accroissent (structure sorbitique).

Le joint de grain devient de plus en plus marqué par un liseré de carbures (cas du revenu à 600° C) (photo N° 8). La microscopie optique ne nous ayant pas fourni d'éléments positifs pour expliquer la baisse de résilience dans la gamme de températures de revenus comprises entre 100 et 200° C, nous avons utilisé la microscopie électronique. Cette dernière permet en effet de déceler des modifications structurales invisibles en microscopie optique. L'étude s'est faite sur lames minces, les répliques de carbone ne nous ayant pas apporté les résultats espérés.

Ces lames minces ont des épaisseurs inférieures à 500 Angströms et leur préparation est assez délicate, elle se fait par amincissement électrolytique. Les meilleures

conditions sont obtenues en traçant la courbe densité de courant en fonction du potentiel pour un électrolyte et un métal donné. La courbe a la forme indiquée par la figure 4. Le palier indique la gamme de tension donnant un courant constant, ce qui correspond aux conditions favorables pour l'amincissement. L'échantillon a au départ 0,1 mm environ et une surface de 1 à 2 cm² ; il est placé en position anodique, la cathode étant en acier Inox. Pour éliminer le polissage préférentiel sur les bords, on les laque avec une solution de polystyrène dans le trichloréthylène. Le polissage est poursuivi jusqu'à l'apparition de petits trous dans la lamelle ; celle-ci prend un aspect dentelé et entre les perforations de petites zones sont suffisamment minces pour être visibles en microscopie électronique. Le bain retenu pour ce type d'acier est une solution à 10% en volume d'acide perchlorique ($d = 1,61$) dans l'éther monobuthylique de l'éthylène glycol. Il a été préconisé par JACQUET (5). La tension utilisée est de 18 volts.

Nous n'avons constaté aucune différence entre les bainites obtenues par trempe (photo N° 9) et les bainites après revenu à 200° C (photo N° 10).

De même, aucune précipitation n'est visible dans la ferrite pour ce revenu, tandis qu'elle apparaît nettement après un revenu à 600° (photos N° 11 et 12).

Les joints de grains ne contiennent d'ailleurs pas non plus de précipité après le traitement de fragilisation (photo N° 13).

L'hypothèse d'une fragilisation par une précipitation intergranulaire se heurte donc à l'objection qu'aucun précipité n'a pu être mis en évidence aux joints de grains.

Les hypothèses qui nous restent pour expliquer cette fragilisation sont les suivantes :

- la fragilisation provient d'une ségrégation d'éléments tels le soufre, le phosphore ou l'oxygène aux anciens joints de grains de l'austénite primaire et à un degré moindre aux joints de grains de la ferrite : CRUSSARD, HENRY et PLATEAU ont observé des striations sur des fractures intergranulaires d'alliages fer-oxygène.



Photo N° 7 - Echantillon trempé et revenu
1/2 heure à 150° C après trempe
G = 1030

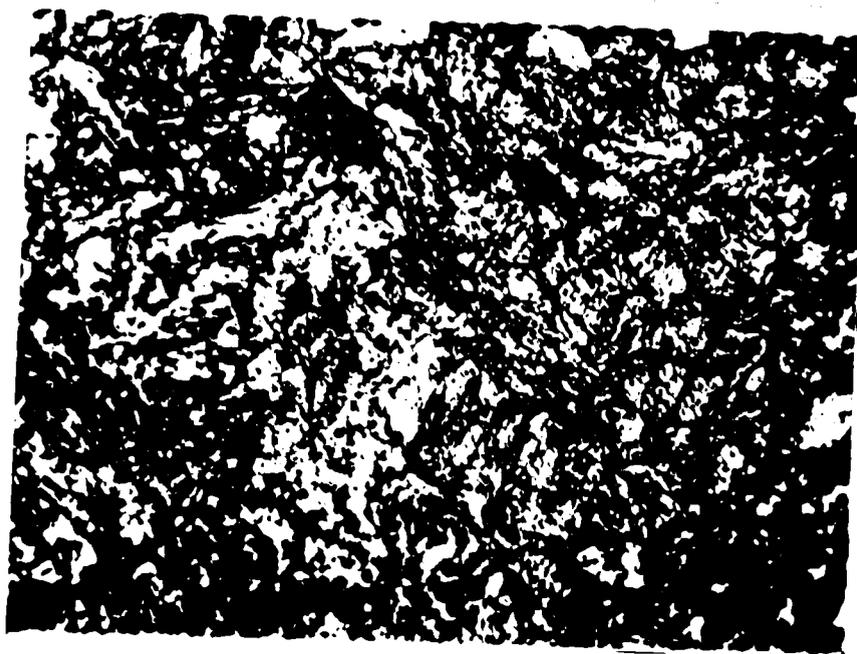


Photo N° 8 - Echantillon trempé et revenu 1/2 Heure
à 600° C après trempe G = 1030

Figure 3

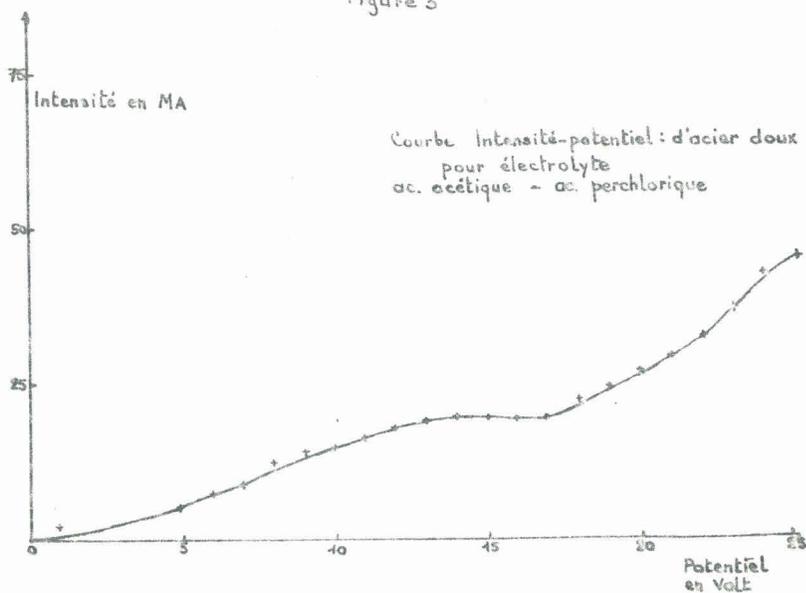


Figure n° 3 - Courbe intensité potentiel pour l'électrolyte Butylcellosolve - acide perchlorique.



Photo n° 9 - Micrographie électronique lame mince acier trempé G = 40.000



- 27 -



- Photo N° 10 - Micrographie électronique
lames minces - échantillon
trempé et revenu à 200°C
G = 40.000

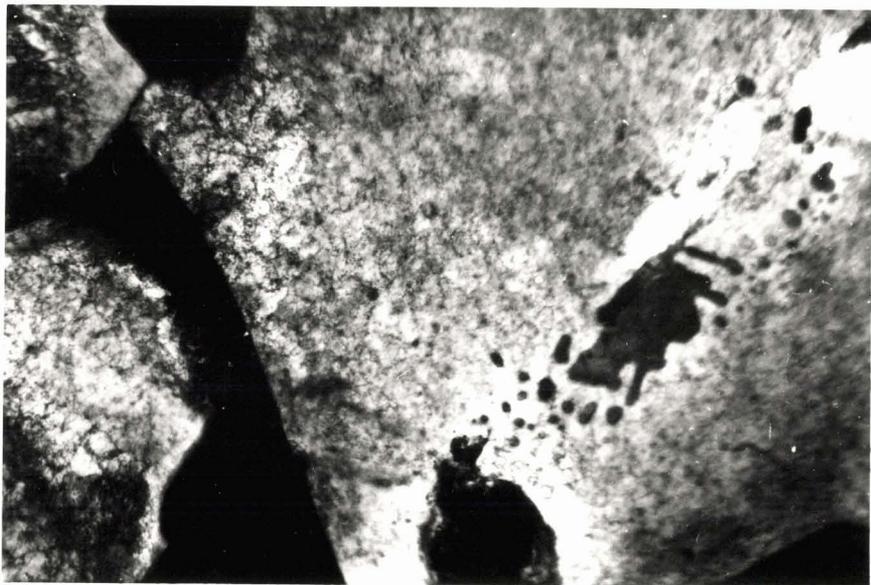


PHOTO N° 11 - Micrographie électronique lames minces
échantillon trempé et revenu à 600° C
G = 40.000



Photo N° 12 - Lame mince d'échantillon trempé et
revenu à 200°C - 1/2 Heure - G = 40.000

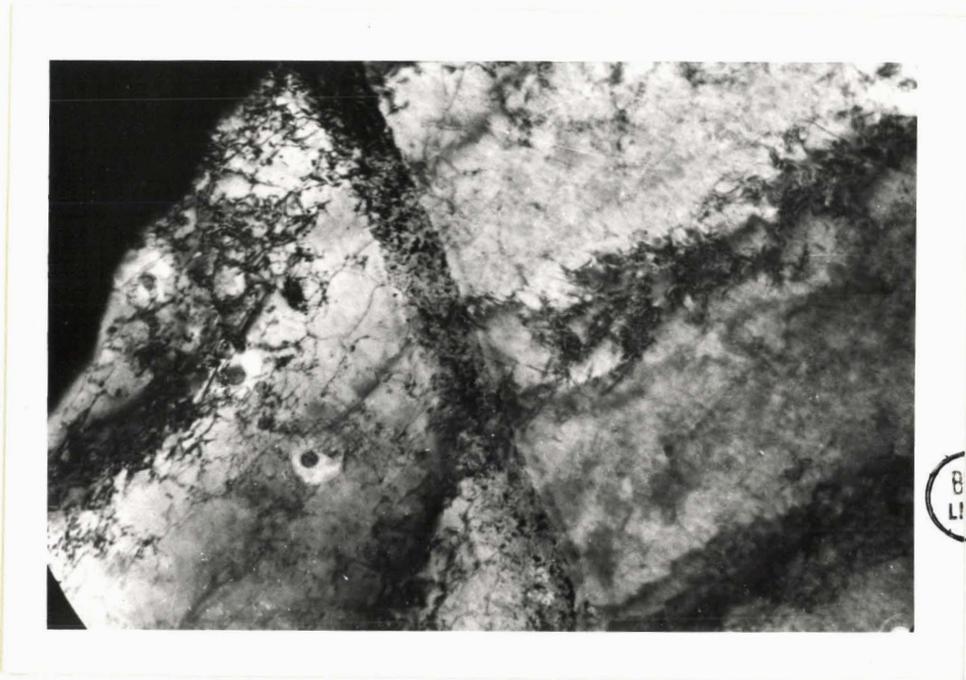


Photo N° 13 - Lame mince d'échantillon trempé et
revenu à 200°C - 1/2 Heure - G = 80.000

et de Nickel commercial et on conclut à une absorption intergranulaire d'atomes dissous dans la matrice.

- KADDOU et ROSENTHAL (9) pensent à une interaction carbone-dislocation responsable du maximum d'amortissement en frottement interne pour une température de revenu de 220° C pour un acier à 0,16 % de C.

- Donc, faute de preuves positives, nous n'avons pu que recueillir les hypothèses avancées par les autres auteurs.

D) - CONCLUSION -

Les valeurs de résilience et de microdureté s'accordent pour nous montrer que la zone des revenus comprise entre 100 et 200° C nous donne une fragilisation maximale. La microscopie électronique a montré que cette fragilisation n'est pas due à une précipitation aux joints de grains.

Nous n'avons pas pu confirmer les hypothèses des autres auteurs : des examens microfractographiques permettront de voir si les atomes étrangers ségrégués dans les joints de grains provoquent une modification de leur aspect (phénomène de striation). Les interactions carbone-dislocations ont été étudiées surtout par frottement interne. La forêt de dislocations que nous avons observée dans cet acier industriel était trop touffue pour fournir des informations sur ce dernier phénomène (c'est-à-dire savoir si le mouvement des dislocations est freiné ou non).

DEUXIEME PARTIE -

Variations de transitions de résilience dans un acier doux
en fonction des traitements thermiques -

A) - INTRODUCTION -

Dans le cas des aciers doux, on sait qu'en général la distribution des valeurs de résilience est bimodale dans la zone de transition (8), c'est-à-dire que l'on observe deux populations de résilience groupées autour de deux moyennes distinctes. Elles correspondent à deux aspects différents de la fracture ; les ruptures granulaires aux valeurs basses ont un aspect brillant, à grains, les ruptures ductiles sont mates et fibreuses.

La transition est entièrement déterminée quand on connaît les paramètres suivants :

- la température de transition, c'est-à-dire la température pour laquelle on obtient 50 % des résiliences du mode fragile.
- l'étendue de la transition qui est le domaine limité par les températures correspondant respectivement à 5 et 95 % de rupture du mode fragile.
- le saut de résilience qui mesure l'écart entre la valeur moyenne des résiliences hautes et celle des résiliences basses à la température de transition.

Cependant, il apparaît que cette forme de transition n'est pas unique. Certaines présentent un mode de rupture intermédiaire ainsi que nous l'avons signalé plus haut. L'aspect de fracture est alors mixte. Le coeur de la fracture est granulaire, le pourtour ductile.

KORNFELD (9) distingue les 3 formes schématiques suivantes :

- dans le cas (a), les ruptures mixtes n'existent jamais seules ; elles existent pour une température donnée avec les deux autres modes ;

- dans le cas (b) ces ruptures existent seules pour une température unique ou un intervalle étroit de température ;

- dans le cas (c), elles sont présentes dans une zone plus ou moins grande.

Le passage d'un mode de rupture à un autre ne semble pas se faire au hasard (Ulmo Bastenaire et Borionne (8) ont montré que les deux modes de ruptures correspondent aux deux parties des distributions bimodales observées. Les aciers qualifiés de "sans transition" correspondent simplement à une absence de transition de résilience.

Nous avons montré que par le jeu de traitements thermiques, nous pouvions faire varier la forme des diagrammes, mode de rupture = température d'essai. Nous avons pratiqué sur l'acier doux utilisé les traitements suivants :

- recuit de normalisation à 925° C (1/2 Heure)
- trempe après recuit à 925° C . (1/2 Heure)
- revenu 600° C après trempe (1/2 Heure)
- revenu 150° C après trempe (1/2 Heure)

L'obtention des températures d'essais entre $+80^{\circ}$ C et -180° C s'est faite de la manière suivante :

- utilisation d'un bain d'eau thermostaté entre $+20^{\circ}$ C et $+80^{\circ}$ C
- utilisation d'un cryostat entre 0° C et -120° C
- réchauffement à la température ambiante à partir de l'azote liquide pour les plus basses températures (-180° C et -140° C)

L'essai de résilience présente une dispersion importante. Cela nous a obligé à considérer le problème d'une manière statistique. Chaque courbe résilience - température a nécessité 300 éprouvettes réparties sur une vingtaine de températures d'essais, 1.200 éprouvettes ont reçu une entaille en U, 100 une entaille en V. Toutes les résiliences ont été faites sur un mouton-pendule d'une énergie de 15 Kgm. L'examen de cassure s'est fait sur la loupe binoculaire. Nous verrons dans ce qui suit l'importance de l'aspect de fracture dans la détermination des courbes résilience - température.

B) - BIMODALITE DE RESILIENCE DANS LA ZONE DE TRANSITION

cas de l'acier revenu à 600° C :

La courbe résilience - température pour le métal revenu à 600° C est classique. Comme le montre la figure (6), on passe du mode ductile au mode fragile dans la zone de transition et l'histogramme de la figure 5 pour une température d'essai située dans cette zone montre deux populations groupées autour des deux moyennes distinctes. On dit alors que la distribution est bimodale. La détermination des paramètres se fait aisément quand on connaît la loi de variation de la proportion de rupture ductile en fonction de la température.

On s'intéresse ici aux variations en fonction d'un paramètre de la probabilité d'un événement se traduisant par une alternative (en l'occurrence l'apparition d'une rupture ductile ou granulaire). Les statisticiens montrent, et en particulier ULMO (11), que cette probabilité suit la courbe en " S" de GALTON.

Le problème se traite alors par l'intermédiaire de la droite de HENRY qui est la transformée en coordonnées probits de cette courbe de GALTON.

L'ajustement de cette droite aux points expérimentaux peut se faire de deux manières .

a) - par une méthode graphique :

La loi de GALTON s'exprime par l'équation :

$$Pr(X) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^x e^{-\frac{(x-x_m)^2}{2\sigma^2}} dx$$

$$\text{ou } Pr(X) = \frac{G(x - x_m)}{\sigma} \quad (1)$$

X étant la variable, x_m la valeur médiane et σ l'écart type.

On pose $y = \frac{1}{\sigma} (a y + b)$

a et b étant des constantes

En égalant les équations (1) et (2) on obtient

$$\frac{1}{\sigma} (a y + b) = \frac{\Phi (X - X_m)}{\sigma \sqrt{2}}$$

$$\text{d'où } a y + b = \frac{X - X_m}{\sqrt{2}}$$

et on définit le "probit y' " en prenant

$$a = \frac{1}{\sqrt{2}} \quad \text{et } b = \frac{5}{\sqrt{2}}$$

$$Y' = \frac{X}{\sqrt{2}} + \frac{(5 - X_m)}{\sqrt{2}}$$

donc, sur un graphique dont les coordonnées seront graduées suivant l'échelle des probits, on obtiendra (si le phénomène suit la loi de Galton) des points sensiblement alignés. Pour tenir compte du fait que les fréquences obtenues à partir d'un nombre restreint d'essais sont différentes des probabilités exactes, chaque point expérimental est accompagné d'un segment vertical représentant l'intervalle de confiance à 95 %). Des abaques donnant la limite de ces intervalles.

De cette droite, on déduit : la température de transition Θ_m définie comme étant la température pour laquelle la probabilité d'apparition d'un mode de rupture est égale à 0,05 ; et l'étendue de la zone de transition comprise par définition entre les températures abscisse des points d'ordonnée 0,05 et 0,95.

b) la méthode analytique -

La méthode analytique dite du "maximum de vraisemblance" permet à partir d'un premier ajustement à vue, d'estimer par le calcul, les valeurs de Θ_m et σ , et la précision de ces estimations. Elle permet en outre de tester au moyen du test de "chi carré" la validité des hypothèses d'une variation suivant la loi de Galton.

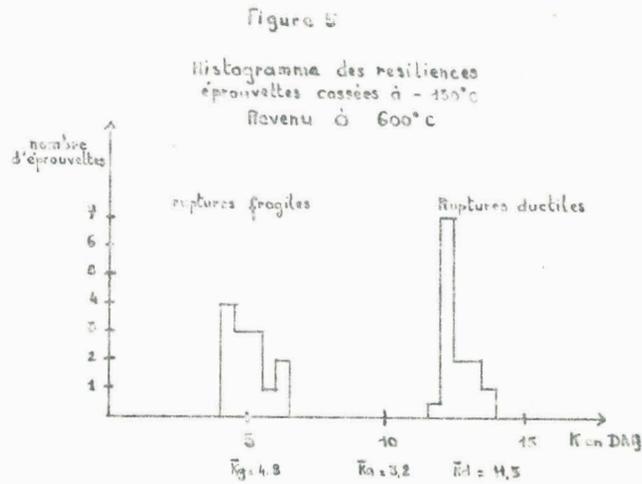


Figure n° 5 : Histogramme des résiliences dans la zone de transition, acier revenu à 600° C

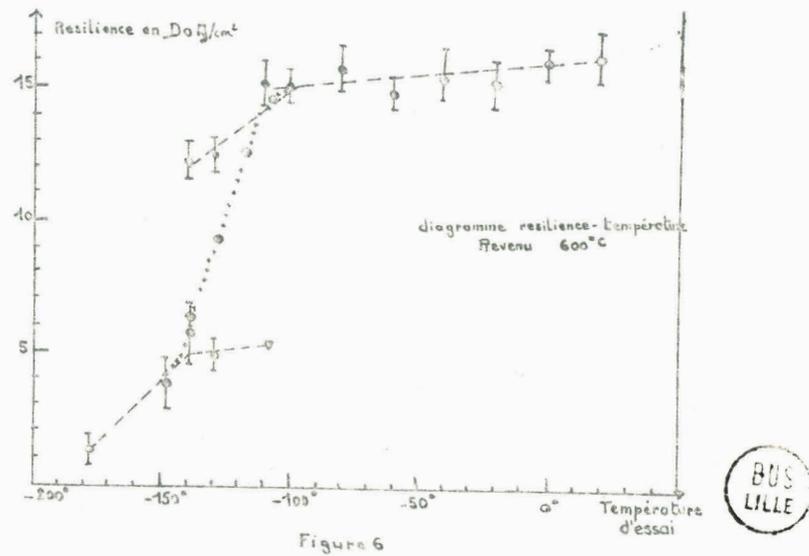


Figure n° 6 : Courbe résilience-température acier revenu à 600° C

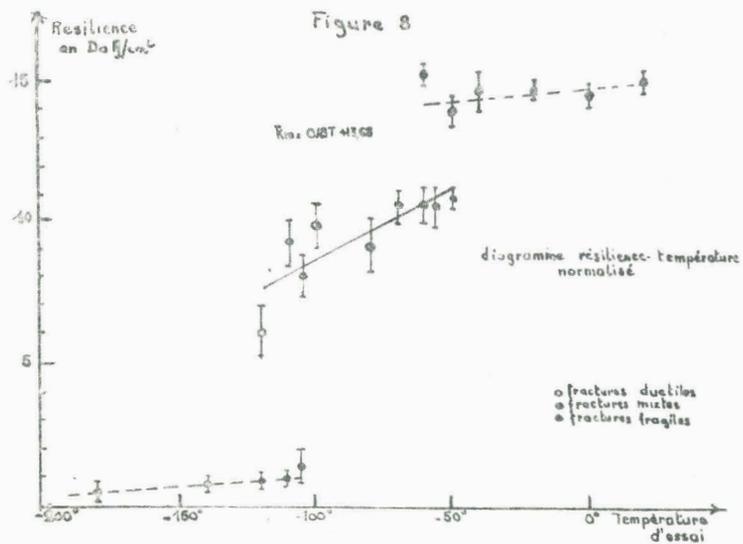


Figure n° 8 : Courbe résilience-température Etat normalisé.

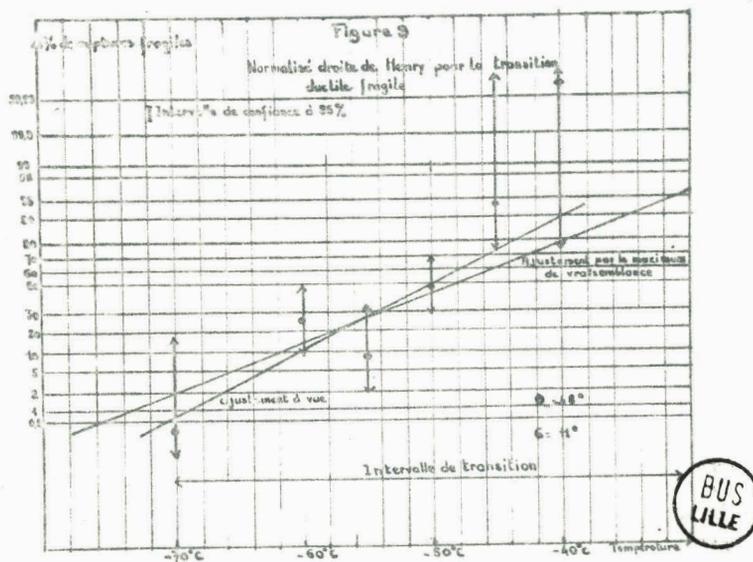
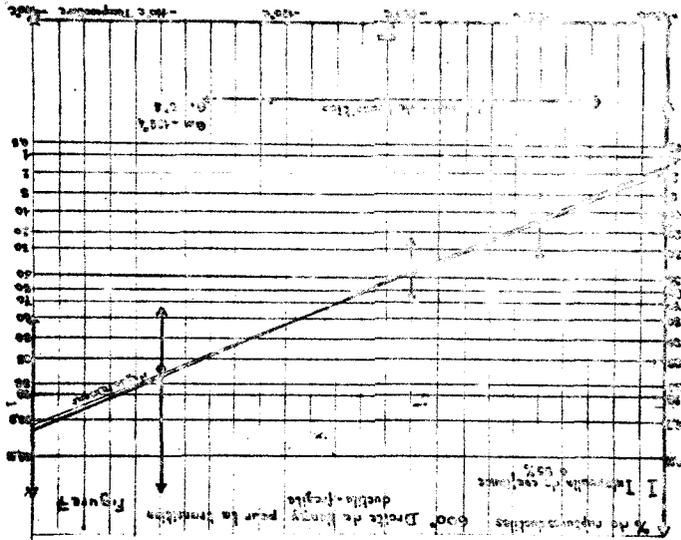


Figure n° 9 : Droite de Henry pour la transition ductile-mixte de l'état normalisé.

Figure n° 7 : droite de Henry pour la transition ductile-tragile.
 ROYENNE 600° C



La droite de Henry (Figure 7) obtenue par la méthode analytique à partir d'un premier ajustement à une échelle :

- La température de transition : 128° 4
- L'écart type de la distribution : 9° 8
- L'intervalle de transition : 31°

Il est défini précédemment. Il est égal à 10 Dm/cm².
 De la courbe de rupture-température, on tire le saut de résilience par l'importance de la rupture en manganèse (0,93 %).
 Ceci s'explique par l'importance de la rupture en manganèse (0,93 %).
 Celle-ci est rejetée vers les basses températures (elle est inférieure à 100°C).
 La figure (6) montre clairement les 2 populations distinctes et leur superposition dans le cas de transition. Il faut remarquer que
 On trouve les détails de cette méthode analytique dans de nombreux manuels de statistiques (12).

Ce type de transition se caractérise par un saut de résilience important et une bimodalité de résilience traduisant une bimodalité de rupture.

CRUSSARD et ses collaborateurs (14) ont montré que la position de l'amorce de rupture est différente pour chacune des deux familles.

L'amorce de rupture fragile se fait à l'endroit où la triaxialité est maximale ; c'est-à-dire à l'intérieur de l'éprouvette.

Pour les éprouvettes donnant une rupture ductile et donc subissant une déformation plastique, l'amorce se fait au contraire à la base même de l'entaille.

La bimodalité des ruptures semble donc être due à une différence de position d'amorce de rupture.

C - Transition de résilience avec existence de ruptures mixtes

Nous avons constaté dans le cas du métal à l'état normalisé ou trempé des courbes résilience - température différentes. Le passage de l'état ductile à l'état fragile ne se fait pas directement mais passe par un stade intermédiaire, celui des "ruptures mixtes". Ce stade est caractérisé par ses valeurs de résilience et surtout par son faciès de rupture. La photo N° 2 représentait ce cas de rupture caractérisé par un pourtour ductile et un coeur granulaire : la proportion de la partie granulaire varie en fonction des paramètres température et résilience suivant des relations que nous établirons ultérieurement.

L'examen des figures 8 et 13 indique la répartition des ruptures mixtes. On constate qu'elle existe seule dans une zone importante de température (30° C) environ pour l'état normalisé ainsi que l'état trempé). On remarque, en outre, l'existence des transitions de ruptures suivantes : ductile-mixte, et ductile-fragile.

On remarque que les sauts de résilience sont nettement moins importants que dans le cas d'une transition ductile-fragile, respectivement 7 et 3 daJ.

La transition ductile-mixte à l'état trempé n'est pas visible, les mesures n'étant pas valables au-dessus de 80° C ; en effet, elle est faussée par un vieillissement notable à l'ambiante, que nous avons différé par un maintien à -18°C entre la fin du traitement thermique et l'utilisation des éprouvettes.

1) - Variation de la probabilité d'apparition des ruptures mixtes avec la température.

On constate expérimentalement à l'aide des histogrammes de résilience pour chaque température d'essai, que la distribution des résiliences, d'abord bimodale, devient gaussienne lorsque la fréquence des ruptures mixtes devient égale à l'unité puis redevient ensuite bimodale.

Figure 10

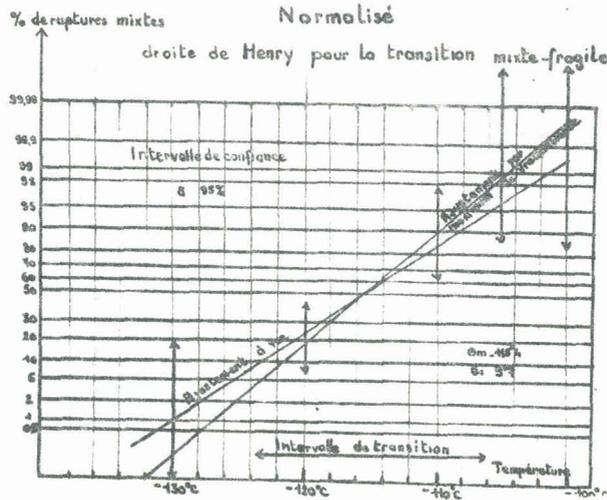


Figure n° 10 - droite de Henry pour la transition mixte fragile de l'état normalisé.

Figure 11

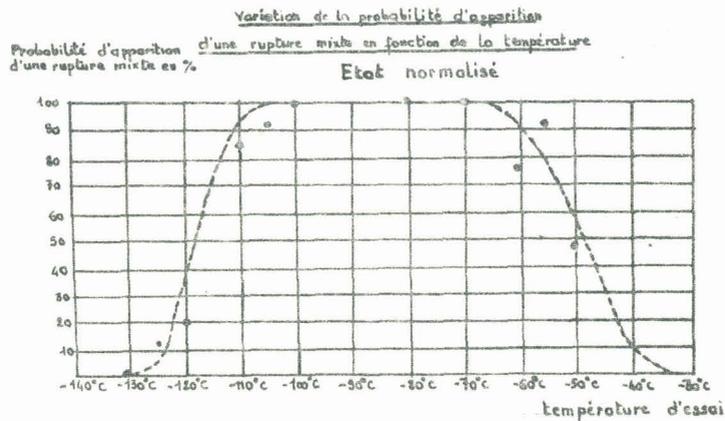


Figure n° II - variation de la probabilité d'apparition de la rupture mixte en fonction de la température d'essai. Acier normalisé.

Nous avons étudié les variations de la fréquence d'apparition des ruptures mixtes dans les zones de transitions ductile-mixte et mixte-fragile.

Nous avons montré que la variation de cette fréquence suit la courbe en "S" de Galton par les méthodes analytiques et graphiques décrites précédemment.

En traçant la droite de Henry pour chacune des transitions, nous avons obtenu les résultats suivants (fig. 9, 10 et 12).

	θ_m	σ	intervalle de transition
Normalisé transition ductile-mixte	-48°C	11°	32° C
Normalisé transition mixte-fragile	-115°4	9°7	17°C
Trempé transition mixte-fragile	- 55°3	6°9	34°C

La figure N° II montre les variations de la probabilité d'apparition de la rupture mixte pour l'état normalisé. On constate l'existence de 3 branches de couches obéissant aux équations suivantes :

$$\text{pour } T < -70^\circ \text{ C} \quad \text{Pr} = \frac{1}{4,94} \int_{-\infty}^T e^{-\frac{(T+48)}{242} dT}$$

$$\text{pour } -70^\circ \text{C} < T < -100^\circ \quad \text{Pr} = 1$$

$$\text{pour } T < -100^\circ \text{ C} \quad \text{Pr} = \frac{1}{4,33} \int_{-\infty}^T e^{-\frac{(T+115,4)}{198} dT}$$

Les valeurs aux bornes n'étant valables qu'en première approximation puisque la loi de Galton passe de 0 à 1 quand la température varie de $-\infty$ à $+\infty$.

Pour l'état trempé, compte tenu de ce qui a été dit précédemment, il n'y aura que deux branches de courbes répondant aux équations suivantes :

$$- \text{ pour } 0^\circ \text{ C} < T < -30^\circ \text{ C} \quad \text{Pr} = 1$$

$$- \text{ pour } T < -30^\circ \text{ C} \quad \text{Pr} = \frac{1}{3,04} \int_{-\infty}^T e^{-\frac{(T + 55,3)}{96,4}} dT$$

2) - Résilience absolue et résilience relative moyenne -

La connaissance des lois de la variation de la probabilité d'apparition d'une rupture mixte permet d'obtenir celle reliant la résilience moyenne absolue, K_a avec la température dans la zone de transition. La résilience moyenne absolue est définie comme étant la moyenne des résiliences à une température d'essai indépendamment du mode de rupture.

Dans une transition mixte-fragile, \bar{P}_m et \bar{K}_m sont respectivement les probabilités et les résiliences moyennes du mode mixte, P_g et K_g les probabilités et les résiliences moyennes du mode granulaire à chaque température. On a la relation implicite :

$$\bar{K}_a = P_m \bar{K}_m + P_g \bar{K}_g \quad (1)$$

$$\text{et } P_m + P_g = 1 \quad (2)$$

En combinant les relations 1 et 2 on obtient :

$$\bar{K}_a = (\bar{K}_m - \bar{K}_g) P_m + \bar{K}_g$$

$$\text{d'où } \frac{\bar{K}_a - \bar{K}_g}{\bar{K}_m - \bar{K}_g} = P_m \quad (3)$$

On obtient une loi similaire pour la transition ductile mixte en

$$\frac{\bar{K}_a - \bar{K}_m}{\bar{K}_g - \bar{K}_m} = P_d \quad \text{avec } P_d + P_m = 1$$

P_d et K_d étant les probabilités et les résiliences moyennes du mode ductile on définit la quantité :

$$\frac{\bar{K}_a - \bar{K}_g}{\bar{K}_m - \bar{K}_g} = \bar{K}_r \quad \text{comme étant la résilience moyenne relative}$$

On a donc $\bar{K}_r = P_m(T)$ pour la transition mixte-fragile et on aura $\bar{K}_r = 1 - P_m(T)$ pour la transition ductile mixte.

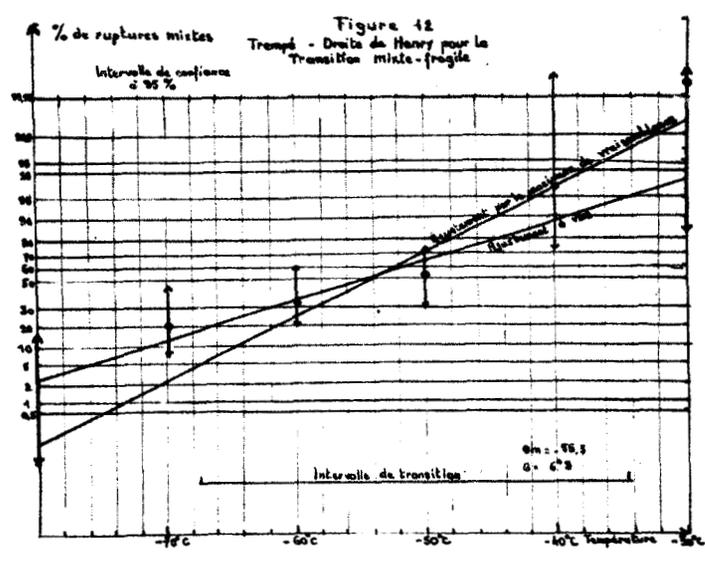


Figure n° 12 - droite de Henry pour la transition mixte-fragile acier trempé.

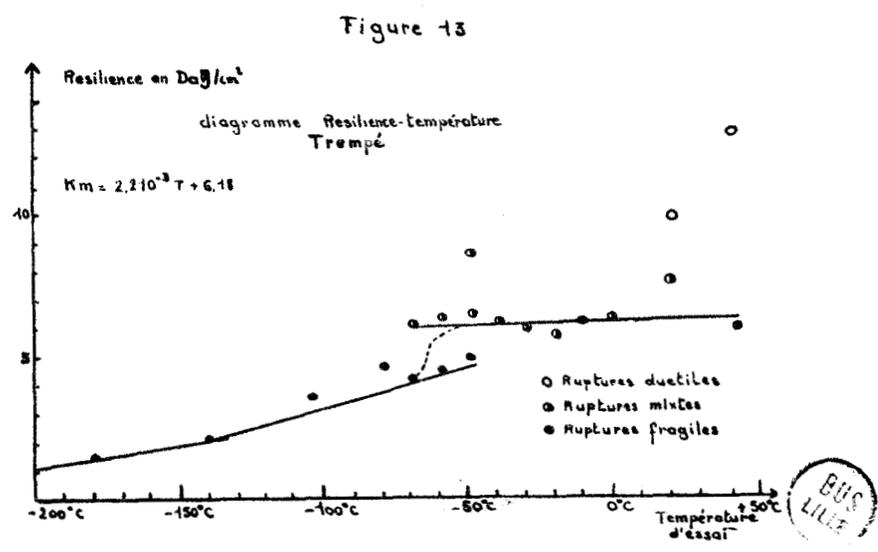


Figure n° 13 - courbe résilience-température pour l'acier trempé

Le tableau suivant montre l'accord de cette loi avec les résultats expérimentaux dans le cas de la transition mixte-fragile ; la concordance est bonne également dans le cas de la transition mixte-ductile.

Nature du traitement	Normalisé			Trempe		
	- 105°C	-110°C	-120°C	-40°C	-50°C	-60°C
$\bar{K}_a - \bar{K}_g$	0,92	0,87	0,20	0,62	0,54	0,31
$\bar{K}_m - \bar{K}_g$						
Proportions de ruptures mixtes	0,91	0,87	0,18	0,96	0,53	0,31

La résilience moyenne relative suit la même loi de variation que la probabilité d'apparition d'une rupture mixte.

En conclusion, les lois qui régissent les probabilités d'apparition des ruptures mixtes sont des lois de Galton et ces lois se rencontrent dans les deux transitions successives. Ces deux transitions correspondent à un changement dans le processus de la rupture comme nous le verrons dans le chapitre suivant en considérant les relations liant l'aspect de la rupture à la résilience et à la température.

D) - RELATIONS entre LE FACIÈS DE RUPTURE, LA RESILIENCE & LA
TEMPERATURE -

Nous avons vu précédemment que les ruptures mixtes étaient caractérisées par une zone centrale d'aspect granulaire et entouré d'un lixié ductile.

Nous avons mesuré pour chaque éprouvette rompue suivant le mode mixte la proportion de la partie fragile, proportion désignée par le symbole \bar{A} . La précision de la méthode est bonne. La dispersion relative n'est que de 6 % ; elle est inférieure à celle des résultats expérimentaux.

Pour chaque température d'essai dans la zone des ruptures mixtes, on obtient une valeur moyenne \bar{A} de la proportion de la partie granulaire dans la fracture, et la valeur de la résilience moyenne suivant le mode mixte \bar{K}_m .

Expérimentalement nous trouvons un ensemble de relations linéaires entre les couples de variables \bar{K} et \bar{A} , \bar{K} et \bar{T} , \bar{A} et \bar{T} ; T est la température d'essai.

La figure 17 montre les courbes obtenues pour l'état normalisé et trempé.

L'équation de ces droites est :

$$\bar{A} = 0,0036 T + 0,40 \text{ pour l'état trempé}$$

$$\bar{A} = 0,006 T + 0,52 \text{ pour l'état normalisé.}$$

Ces équations sont obtenues par un ajustement analytique à l'aide de la méthode des moindres carrés sur l'ordinateur du laboratoire de calcul numérique de la Faculté des Sciences de LILLE. On obtient en outre la précision sur les coefficients et on montre aussi que ces équations linéaires sont valables avec une bonne estimation. Par la même méthode, on obtient des relations linéaires entre la résilience moyenne des ruptures mixtes et la température.

Ces équations sont les suivantes :

$$\bar{K}_m = 2,2 \cdot 10^{-3} T + 6,18 \text{ pour l'état trempé}$$

$$\bar{K}_m = 0,49 T + 13,68 \text{ pour l'état normalisé}$$

Des relations linéaires entre les couples \bar{K} , \bar{I} et \bar{A} (T) entraînent une relation linéaire entre les couples \bar{K} et \bar{A} . On obtient analytiquement :

$$\bar{A} = - 0,049 K + 0,83 \text{ pour l'état trempé}$$

$$\bar{A} = 0,108 K + 1,58 \text{ pour l'état normalisé.}$$

Cet ensemble de relations linéaires montre l'importance du processus de propagation.

En effet, si on considère l'énergie de rupture comme la somme d'une énergie d'amorçage et d'une énergie de propagation, l'énergie de propagation dans une rupture mixte par unité de surface est elle aussi la somme de l'énergie de propagation relative à chaque mode. En remarquant l'énergie de propagation par unité de surface au mode fragile très petite par rapport à celle du mode ductile, on peut conclure que l'accroissement de la résilience dans la zone mixte quand la température est liée à l'augmentation de propagation ductile.

On remarque que les relations linéaires du type \bar{A} (T) ne sont plus valables aux bornes ; lorsque \bar{A} prend la valeur 1, on constate que le liseré ductile en fond d'entaille disparaît. Cela laisse supposer un chargement d'amorçage car cela coïncide avec le saut de résilience. A cette limite, les ruptures mixtes sont alors constituées d'un amorçage ductile superficiel et d'une propagation fragile.

Nous verrons ultérieurement que l'on peut considérer la rupture mixte comme constituée d'un amorçage ductile superficiel en fond d'entaille avec une zone ductile dont l'importance décroît quand la température baisse, une propagation fragile, un réamorçage et une propagation ductile.

E) ACIER SANS TRANSITION DE RESILIENCE -

Après un traitement de fragilisation, c'est-à-dire un revenu à 150° C après trempe, la courbe résilience-température présente encore les trois modes de ruptures (fig. 14).

On constate que les sauts de résilience entre les modes ductiles et mixtes, mixtes et fragiles, sont très faibles. Ils prennent respectivement les valeurs 1 et 15 daJ/cm². Les valeurs de dispersion absolue de résilience des deux modes se chevauchent comme le montre l'histogramme N° 4 de la figure 16. Si l'on ne se sert que du seul critère résilience pour tracer la courbe, on est amené à conclure que la transition de résilience n'existe plus.

En outre, la partie ductile de la rupture mixte se réduit au liseré ductile à fond d'entaille vers la fin de la transition ductile-fragile.

Donc la transition de résilience existe toujours, mais elle est plus ou moins masquée par la dispersion. La zone de passage des ruptures mixtes aux ruptures fragiles est très étroite ; il est alors difficile de lui attribuer cette loi statistique.

La zone de transition devient plus étalée, les ruptures mixtes se rencontrent dans un intervalle de 150° C.

On obtient toujours des relations linéaires entre les variables \bar{A} , \bar{K}_m et T.

Elles ont pour équation :

$$\bar{K}_m = 0,0036 T + 5,27$$

$$\bar{A} = 0,037 T + 0,40$$

$$\bar{A} = 0,17 \bar{K} + 1,33$$

Le diagramme de la figure 16 représente le pourcentage d'aspect granulaire de la fracture en fonction de la température d'essai ; il nous donne comme bornes de l'intervalle où l'on rencontre des ruptures mixtes - 60° C et + 80° C.

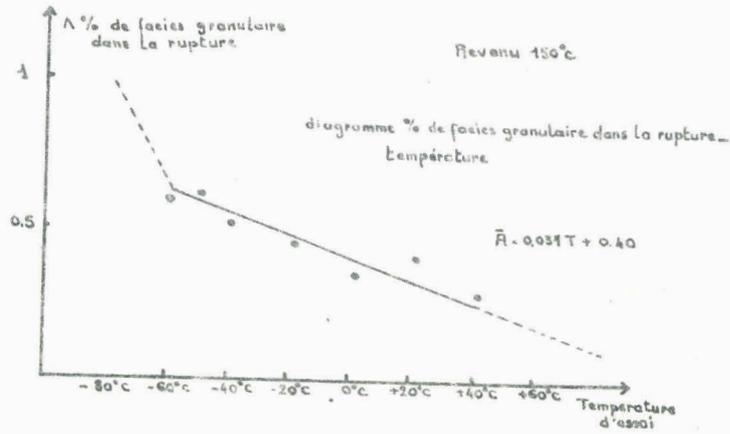


Figure n° 16 - Histogramme des résiliences dans la zone de transition pour différents traitements thermiques.

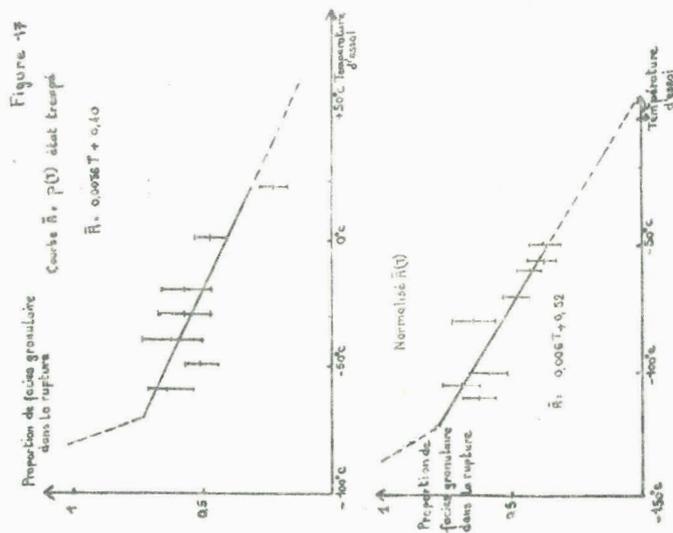


Figure n° 17 - Courbes pourcentage de faciés granulaire dans la rupture mixte en fonction de la température acier trempé et normalisé.



F) - INFLUENCE DE L'EFFET D'ENTAILLE SUR LA RUPTURE MIXTE -

En vue de l'étude de l'influence de l'effet d'entaille nous avons pratiqué des entailles en "V" sur les éprouvettes revenues à 150° C après trempe.

On constate (figure 18) :

- la zone des ruptures mixtes apparaît à une température supérieure (- 30° C au lieu de 60°C.)
- On ne constate pas de ruptures ductiles même à + 80° C.
- Le liseré ductile à fond d'entaille a disparu.

On obtient toujours des relations linéaires entre les variables \bar{K}_m , \bar{A} et T dans la zone des ruptures mixtes.

Ainsi la courbe $\bar{K}(T)$ a pour équation $\bar{K} = 4,8 \cdot 10^3 T + 0,72$.

L'aspect de fracture (absence de liseré de fond d'entaille) et la disparition du saut de résilience semblent indiquer que le mode d'amorçage entre ruptures fragiles et les ruptures mixtes n'a pas changé ; il reste fragile, et nous sommes là en accord avec POMEY et GRUMBACH (9), qui, par des mesures sur les liserés ductiles avec des entailles variables ont positionné les amorçages.

La zone de transition ne semble pas être étalée, mais plutôt déplacée en température ; elle porte principalement sur la zone ductile qui suit la propagation fragile.

En résumé, l'influence de l'entaille en "V" semble être :

- l'abaissement de la résilience et le déplacement en température de la zone de transition par élévation de la triaxialité des contraintes.
- la triaxialité en un point d'un champ de contrainte est le rapport de la plus petite à la plus élevée des contraintes principales).
- la disparition de la transition d'amorçage dans la zone de température considérée ; la sévérité de l'entaille augmentant la concentration des contraintes, l'amorçage devient ainsi fragile et à fond d'entaille puisqu'il est admis qu'il se fait où se trouve la contrainte maximale (17).

L'influence du traitement thermique est de masquer le saut de résilience qui caractérise la transition d'amorçage et coïncide avec la transition mixte-fragile, et d'établir la transition de propagation.

CRUSSARD et ses collaborateurs (14) ont montré que la position relative des ces transitions conditionne la forme des courbes résilience - température : leur éloignement relatif diminue le saut de résilience en même temps qu'il étale l'étendue en température de la transition.

Les histogrammes de la figure 16 illustrent l'influence du traitement thermique sur la diminution du saut de résilience qui accompagne ce déplacement relatif.

Le revenu à 600° C donne une transition d'amorçage dans une zone de température identique à celle de la transition de propagation car son saut de résilience est important et il s'opère en une fois.

Les écarts relatifs entre les transitions augmentent dans le sens suivant : Normalisé, trempé et revenu 150° C car les sauts de résilience diminuent dans le même sens et la zone des ruptures mixtes prend respectivement les valeurs : 70° C, 100° C et 150° C.

Par un traitement thermique, on peut donc obtenir un acier sans transition, si on augmente l'écart entre sa transition d'amorçage et sa transition de propagation.

Figure 18

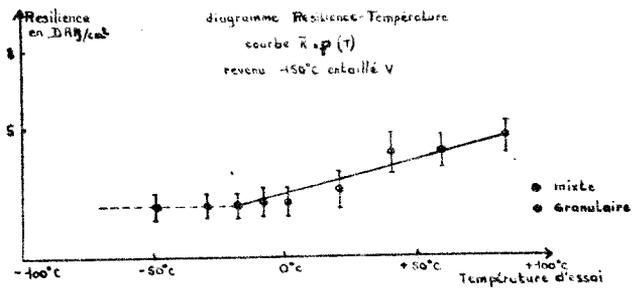


Figure 18 - Courbe résilience-température
acier trempé et revenu à 150°C entaille en

Figure 19
Diagramme de faciès granulaire dans la rupture -
Température

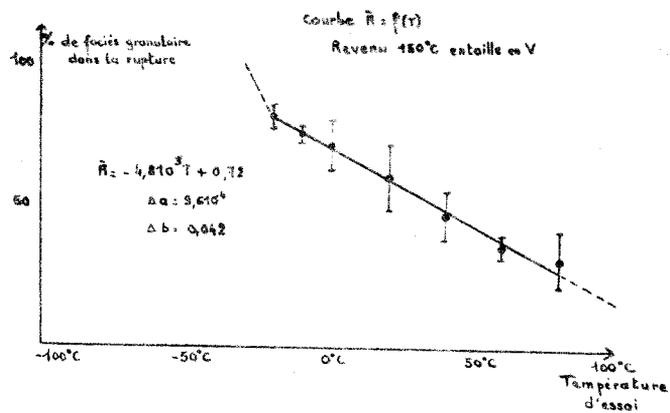


Figure 19 - courbe pourcentage de faciès granulaire
dans la cassure mixte en fonction de la
température d'essai.

CRUSSARD et ses collaborateurs (14) ont ajouté un troisième paramètre qui joue un rôle important dans notre étude: l'énergie d'activation de consolidation. La zone de fond d'entaille commence à se déformer jusqu'à l'apparition d'une fissure. La fissuration se propage de façon ductile en s'accompagnant d'une déformation plastique limitée par le durcissement du métal par consolidation. La rupture se produit suivant le mode fragile (l'amorçage fragile étant d'ailleurs possible par suite de la grande triaxialité des contraintes dans cette zone). Cette consolidation varie avec la température car elle dépend d'une énergie d'activation, ce qui entraîne la diminution, puis la disparition de la zone ductile quand la température baisse. C'est de cette énergie que dépend la température de transition de propagation. On passe donc dans le cas des entailles en U pour une transition avec ruptures mixtes lorsque la température d'essai augmente par les étapes suivantes :

- amorçage fragile interne - propagation fragile.
- amorçage ductile superficiel, propagation ductile près de la zone superficielle, propagation fragile, propagation ductile finale.
- amorçage ductile, propagation ductile.

La 2ème étape est remplacée dans le cas des entailles en V par un amorçage fragile superficiel et une propagation fragile et une propagation ductile finale.

Ces résultats sont en accord avec ceux de POMEY et CRUMBACH (16) qui ont montré en outre que : moins l'entaille de l'éprouvette est aiguë, plus les transitions d'amorçage sont rejetées vers les basses températures.

Les courbes $\bar{K}_m = P(T)$ mettent en évidence une montée lente de la résilience lorsque la température d'essai s'élève dans la zone des ruptures mixtes. On relie ceci aux variations d'énergie correspondant à l'augmentation de la surface de la rupture ductile dont l'énergie par unité de surface est très supérieure à celle de la propagation fragile.

Si l'on admet que l'énergie de rupture est la somme de l'énergie d'amorçage et d'une énergie de propagation, les courbes $\bar{K}(\bar{A})$ peuvent nous donner par extrapolation pour la valeur $\bar{A} = 1$ l'énergie d'amorçage superficiel suivi d'une propagation fragile à la température de transition d'amorçage. La figure 20 pour le métal à l'état normalisé nous fournit une énergie de 2,25 DaJ.

Figure 20

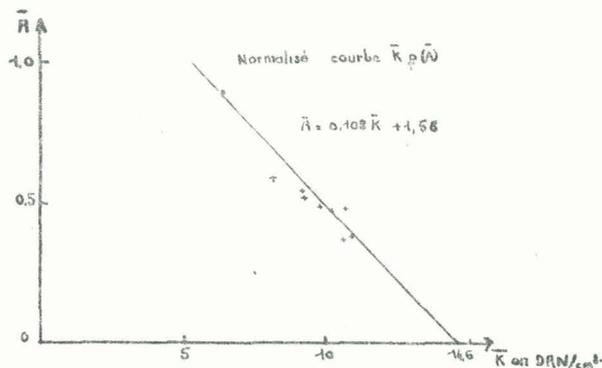


Figure 20 - Courbe $\bar{A} = f(\bar{K})$ pour le métal à l'état normalisé.

La forme d'entaille a une influence importante dans l'allure de la transition avec rupture mixte mais ne suffit pas à expliquer leur présence.

En effet, ce type de fracture mixte est absent dans le cas de la structure obtenue par trempe et revenu à 600°C (sorbite), mais il semble que l'entaille en U augmente artificiellement la zone des ruptures mixtes par rapport à l'entaille en V.

La rupture mixte (existence d'une zone granulaire au centre de l'éprouvette), s'est produite également dans l'essai de traction à température ambiante du métal revenu à 150°C).

Rappelons que le problème est celui de la triaxialité des contraintes et que l'essai de flexion par chocs met en jeu plusieurs processus.

On recherche actuellement des types d'essais définissant bien ce facteur : essais Schnadt, Essai Robertson, traction par chocs.

- 14 - CRUSSARD - BORIONE - J. PLATEAU - Y MORILLON - F. MARATRAY -
Revue de la Métallurgie - Juin 1956 -
53 - N° 6 - pages 426 à 460 -
- 15 - CROWAN -
Weld Journal - Nov. 1955 -
- 16 - POMEY & ORUMBACH -
Mémoires scientifiques de la Revue de la Mé-
tallurgie - N° 9 - 1966 -
- 17 - J.A. HENDRICKSON - N.S. WOOD - D.S. CLARCK -
T. ASM - Vol. 50 - 1958 - pages 656-681

