50376 1973 **66**

THESE

50376

1973

60

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGENIEUR

par

Gérard MESMACQUE

Ingénieur INSCIR

INFLUENCE DES INCLUSIONS SUR LES PARAMETRES DE RESILIENCE D'UN ACIER XC 38



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 PERROT et Monsieur ESCAIG de nous avoir fait l'honneur de faire partie du Jury.

Nous remercions en la personne de Monsieur RAMBEAUD la Société COCKERILL-OUGREE-PROVIDENCE d'HAUTMONT de nous avoir fourni les matériaux utilisés dans cette étude.

Nous remercions également tous ceux qui de près ou de loin ont contribué à la réalisation de ce travail.

INTRODUCTION

Les performances de plus en plus sévères exigées des aciers, ainsi que la concurrence d'autres matériaux conduisent les aciéristes à poursuivre sans relâche leurs recherches de perfectionnement des conditions de fabrication. Dans ce cadre, la propreté inclusionnaire fait l'objet d'une attention toute particulière.

Par inclusion non métalliques, on désigne généralement certaines impuretés présentes sous forme de phases séparées dans les aciers à la suite d'un processus mécanique, ou qui se forment par un processus physico-chimique au cours de la solidification ou par réaction ultérieure avec le métal.

En fait, les conditions de formation et d'élimination des inclusions en cours d'élaboration de l'acier ainsi que l'influence des inclusions restantes sur la qualité de cet acier, forment un ensemble de problèmes particulièrement vastes et complexes.

L'unanimité sur l'ensemble de ces problèmes est loin d'être réalisée comme le prouve la diversité des opinions émises sur les aspects théoriques ainsi que la variété des techniques utilisées sur le plan pratique.

Le but de notre étude est d'essayer d'avancer dans ce vaste domaine où le comportement des inclusions bien qu'étant l'objet de nombreuses recherches est encore bien mal connu.

Afin de faciliter la tâche du lecteur, notre travail se présentera comme suit :

A.) L'inclusion.

- Etude de la formation des inclusions.
- Etude de l'acier utilisé.
- Identification des inclusions.
- Etude des propriétés des inclusions trouvées.
- Comptage des inclusions.

B.) Méthode d'essai et appareillage.

- Technique du Charpy instrumenté.
- Calcul de la Tenacité.

C.) Résultats expérimentaux :

- Présentation générale des résultats.
- Courbe de transition de résilience et de cristallinité.
- Courbes : temps jusqu'à rupture fragile en fonction de la teneur en inclusion.
- Calcul de la tenacité.
- Etude en microscopie électronique.

D.) <u>Discussion.</u>

A L INCLUSION

I- GENESE DES INCLUSIONS

Il a été admis pendant très longtemps que l'on pouvait distinguer suivant leur origine, les inclusions exogènes provenant; des laitiers, réfractaires de four ou de coulée; des inclusions endogènes produites in situ au cours des différentes étapes de l'élaboration allant jusqu'à la solidification de l'acier.

On sait maintenant et KIESSLING (1) l'a montré que cette vue est un peu trop simpliste et que les inclusions éxogène peuvent servir de support à la précipitation ultérieure d'oxydes ou de sulfures.

I-1 Les inclusions exogénes.

- Elles se distinguent facilement de la plupart des inclusio endogénes par le taille souvent plus grande,leur apparition sporadiqueleur localisation en cettains endroits préférentiels du lingot ou de la piéce moulée,leur forme irréguliére et leur structure complexe.

I-2 Les inclusions endogénes.

Elles précipitent lors des réactions homogénes.Ce sont principalement l'oxygéne et le soufre qui sont les éléments génerateurs d'inclusions non métalliques dans le fer et les alliages de fer.

Les réactions de formation des oxydes et des sulfures sont dédlenchées par des additions faites à l'acier, ou simplement par des variations de solubilité lors du refroidissement et de la solidification du métal.

En raison du mode de leur formation; les inclusions endogénes ont tendance à être réparties assez uniformément; en fait cette répartition iniforme est une de leurs caractéristiques. I-2-1 Les Oxydes

La principale source des oxydes endogénes est l'addition désoxydante faite en fin d'élaboration.

-Formation des inclusions de désoxydation:

LE processus de formation des inclusions au cours de la désoxydation du bain d'acier peut être décomposée d'un point de vue schématique en un certain nombre d'opérations élémentaires. A savoir:

-La formation des germes

-Leur croissance jusqu'à la taille d'inclusions

-Décantation de ces inclusions dans une proportion plus ou moins grande selon les cas

On admet aussi généralement que les germes sont formés par nucléation homogéne, ce qui nécéssite une sursaturation importante des éléments désoxydants et de l'oxygéne par rapport aux conditions de l'équilibre.

Pour un réducteur M donnant par réaction sur l'oxygéne dissous un oxyde $M_{x}O_{v}$ l'équilibre:

$$xM + y0 \longrightarrow M_x 0_y$$

conduit pour une température donnée T à une constante d'équilibre:

$$K = \underline{a(M)^{x}a(0)^{y}} \\ a(M_{x}0_{y})$$

où () représente l'activité à l'équilibre des différents constituants. Et les valeurs de K en fonction de la température sont assez bien connues pour la majorité des désoxydants usuels.

Si l'on considére les concentration réelles dans le bain on peut déterminer pour cette même température T uncoéfficient K'.

$$K' = \underline{a'(M)^{x}a'(0)^{y}}_{a'(M_{x}0_{y})}$$

où les a' sont les activités réelles dans l'acier. La sursaturation est donnée par S = K'

La germination des produits de désoxydation du fer liquide aété étudiée par plusieurs chercheurs.

En particuliers, FORSTER (2) reprenant la méthode expérimentale utilisée par VONBOGDANDY (3) a montré que dans le cas de l'aluminium la sursaturation $S = \underline{a'(A1)^2 a'(0)}^3$ nécessaire pour la

germination de l'alumine dans un bain d'acier à I600°C atteig_{nait} 2.10°

L'existance au moment del'addition du désoxydant de gradients de compositions élevées favorise l'obtention de cette sursaturation critique et il a été avancé que les germes ainsi formés localement sont rapidement disséminés à l'intérieur de la masse liquide par les divers mouvements existants au sein de cette même masse ; mais il s'agit là d'une hypothèse qui n'a pas reçu de confirmation expérimentale.

Remarquons qu'il existe un autre moment où les inclusions se développent au cours de la solidification, par suite de l'enrichissement local important en oxygène et éléments réducteurs dans la phase liquide restante.

Les germes étant formés, la croissance des inclusions s'opère par diffusion de l'oxygène et de l'élément réducteur. Les calculs théorique basés sur les coefficients de diffusion de ces éléments dans le fer liquide; montrent que cette croissance doit être très rapide.

C'est ainsi que la formation d'inclusions d'alumine dont la dimension est de l'ordre de quelques microns, doit être obtenue en un laps de temps inférieur à la seconde. L'utilisation récente des piles électro chimiques à oxygène, a permis de confirmer expérimentalement pour différents types de désoxydants que le temps de croissance des germes pour former les inclusions était extrèmement court et de l'ordre de la seconde.

La quantité totale d'inclusions formées au cours des opérations de désoxydation peut-être déduite des teneurs d'équilibre entre l'oxygène et l'élément réducteur dissous dans le fer liquide. Grace aux nombreux travaux de laboratoire effectués dans ce domaine au cours des dernièresdécennies et citées par CHIPMAN, les valeurs à l'équilibre sont assez bien connues pour la plupart des réducteurs utilisés en sidérurgie.

Pour mieux mettre en évidence,les principaux facteurs qui contrôlent la dé**x**oxydation,il est commode de dissocier l'opération en phases successives à sàvoir:

> -D**a**soxydation à température constante. -Désoxydation au cours de la baisse de température de l'acier liquide.

-Bésoxydation au cours de la solidification.

-Equilibre Aluminium Oxygéne

Il existe des différences très importantes entre les valeurs à l'équilibre obtenues par différents chercheurs.

Pour le système aluminium-oxygène dissous dans le fer liquide, les travaux de HILTY et CRAFTS (4) conduisent à des valeurs nettement plus élevées que celles obtenues dans les laboratoires de CHIPMAN (5).

De récentes expériences réalisées à 1° IRSID dans le laboratoire de P. KOZAKEVITCH (6) ont permis de confirmer que cette différence résulte essentiellement de la présence de suspension d'alumine.

D'autre part, nous connaissons la variation des constantes d'équilibre en fonction de la température.

Nous avons en effet:

 $\mathbf{\Delta} \mathbf{G} = \mathbf{RT} \mathbf{LnK}$

Ilest donc possible d'après la variation de K de connaitre la quantité d'inclusions supplémentaires qui se sera formée au cours du refroidissement du bain métallique, jusqu'àsolidification.

Enfin l'oxygéne étant pratiquement insoluble dans l'acier solide, tout l'oxygéne qui sera encore présent à l'état dissous dans le métal liquide au moment de la solidification se retrouvera sous forme d'oxydes.C'est un point d'autant plus capital que les inclusions formées à ce moment là sont dans de trés mauvaises conditions de décantation et ilen est demême pour l'élimination des bulles de CO, dans le cas où les additions calmantes sont localement insuffisantes (7).

I-2-2 Les Sulfures

Si la solubilité du soufre dans la plupart des aciers liquides est élevée, sa solubilité à l'état solide est trés faible surtout à température ambiante.Dés lors, pendant la solidification de l'acier, le soufre précipite à l'état de sulfure et comme le diagramme d'état du système comporte un eutectique, le soufre doit se concentrer dans le métal liquide jusqu'à la composition eutectique avant que le premier sulfure ne se forme.Comme cet eutectique se gitue à la température de 988°C les sulfures se trouvent là où le métal s'est solidifié en dernier lieu.

Concernant l'influence des divers éléments (d'alliages ou de désoxydation) sur la solubilité du soufre dans l'acier, les données quantitatives sont éparses, mais celles dont on dispose indiquent des effets importants.L'addition de manganèse estutilisée depuis longtemps pour diminuer la teneur en soufre de la fonte liquide.

Le domaine liquide du système Fe-Mn-S est traversé par une grande lacune de solubilité qui part du système Mn-S et s'étend jusqu'au voisinage du système Fe-S.Ainsi même en présence d'une faible addition de manganèse, un fer sulfuré se sépare par liquidation en deux phases liquides: l'une riche, l'autre pauvre en soufre.

La stabilité relative des différents sulfures par rapport aux éléments est indiquée par les courbes de l'énergie libre de formation à différentes températures.On peut dire que la tendance à la formation de sulfure à partir du métal pur s'accroit suivant la séquence approximative/:

Ni-Fe,Cu-Mn,Ti-Al,Na-K,K-Ca. L'action connue du calcium et du magnésium purificateur pour les sulfures dans l'acier dépend de la haute stabilité (basse énergie de formation) de ces sulfures par rapport aux éléments. La stabilité relative des différentes sortes de sulfures est dépendante de la température et de la préssion de sulfure.

I-3 Prélévement des éprouvettes

Nous sommes partis d'un lingot d'environ une tonne de section carrée dont le côté mesurait cinquante centimêtres.Le lingot a été laminé de maniere à obtenir une billette de section carrée dont le côté mesurait douze centimêtres.le taux de corroyage est donc de I7,5. La billette ainsi obtenue a été découpée suivant le schéma de la figure I.Les différents prélévements ont été appelés à partir de la tête: AT6 - A5 - A4 - A3 - A2 - API (A comme ils'agissait du lingot A).Nous avons à l'intérieur de ces prélévements repéré le côté tête par la lettre T et le côté pied par la lettre P.Nous avons donc pour ces différents prélévements la numérotation suivante: AT6T,AT§P 6 A5T,A5PA2T,A2P - APIT,APIP .IL nous restait à identifier le sens long par la lettre L et le sens travers par la lettre T . Pour repérer l'éprouvette sur la section,nous avons utilisé les numérotationssuivantes/

AI.....F6 pour les éprouvettes long (figure I) AI....B3 pour les éprouvettes travers (figure 2) Pour situer les éprouvettes travers parrapport aux extrémités de chaque prélévement nous avons utilisé les lettres X-Y-Z (figure 2). De même pour repérer le sens de la fibre par rapport à l'entaille nous avons utilisé les lettres X etβ (figure 2).

I-4 Analyse des différents prélévements.

L'analyse des différents prélévements a été éffectué par spectrophotométrie d'étincelles.Les résultats obtenus nous permettent de suivre les variations de la composition le long de la billette (figure 3 et 3 bis).Nous donnons ci-dessous la composition moyenne de la billette.

I C	I S	I Mn	Al	Si	Р	Cr ! Cu
!	I	I		I	!	I I I
0,405	0,039	0,792	0,011	0,280	0,304	0,1540,09

Sur une même section les variations sont assez faibles et nous n'en tiendrons pas compte par la suite.

<u>I-5 Analyse des inclusions à l'aide de la microsonde électronique</u> Nous avons utilisé une microsonde électronique CAMECA et analysé une centaine d'inclusions provenant de prélévements réguliers entre la tête et le pied.Ainsi grâce à la spectrométrie des rayonnements X et à l'utilisation d'un appareil à balayage nous avons obtenu des résultats qualitatifs sur la composition des inclusions (figures 4A,4B,4C,4D).

<u>I-6 Comptage des inclusions</u>

Nous avons utilisé la méthode JERNKONTORET et comme l'analyse à la microsonde à mis en évidence des inclusions de sulfures de manganèse et des inclusions d'aluminates de calcium (figure 4A,4B, 4C;4D)nous retrouverons celles-ci dans les tableaux A et B de la méthode Jernkontoret (figure 5).Les inclusions observées appartiennent à la série épaisse de cette méthode. I-6-1 Méthode de comptage

Sur une plage de dimensions données on compare le nombre d'inclusions à celui d'une échelle de référense, on lui attribue alors l'indice correspondant à cette densité d'inclusion.Ilest indispensable que le diamètre du champ de vision soit toujours égal à 0,8mm et on observe par l'oculaire d'un microscope l'image virtuelle de l'échantillon.

Afin d'obtenir une valeur moyenne correcte, nous avons analysé I2 éprouvettes dans chacune des 6 séries et relevé la valeur moyenne.Ces I2 éprouvettes ont été prélevées suivaat le schéma de la figure 6 :6 côté tête et 6 côté pied







20

REPERAGE DES EPROUVETTES SUR LA SECTION





DECOUPAGE DES EPROUVETTES SUR CHAQUE PRELEVEMENT



BUS

SECTION D'UNE EPROUVETTE TRAVERS



-



Inclusions

a, Photographie Normale**b**, Photographie





a

b



Aluminate de calcium



Figure 4 a

Analyse a la microsonde Electronique des inclusions

d'aluminate de calcium





0

Δl





Ca

Figure 4 b

Analyse a la microsonde Electronique des inclusions

d'aluminate de calcium



Analyse a la microsonde Flectronique des inclusions

de Sulfure de Manganese



S



Fe



ΜN



Figure 4d



A TYPE SULFURE

B TYPE ALUMINE

803 1111

FIGURE 5



FIGURE 5 bis

I-6-2 Détermination de l'indice JERNKONTORET Nous avons sur chaque échantillon fait l'observation de 100 champs choisis arbitrairement mais de façon que leur distribution sur la surface d'éssai soit la plus représentative possible. On exprime le résultat par la moyenne pondérée des indices de chacune des plages. Exemple: Supposons que dans un tel ehampn de IOO champs, la répartition des indices soit la suivante!

cron des	THUTCCS	3010	ra sur	ance		
Indice 0	c'est	à dire	champ	exempt	d'inclusion	I5 champs
I						25
2						45
3						IO
4						5
5						0
					wotal	100 champs
1 1 2 4 2						-

l'indice pondéré sera: (15x0)+(25x1)+(45x2)+(10x3)+(5x4)+(0x5)= 1.65IOO

Rappelons que pour avoir une meilleure représentativité de la teneur en inclusion de chaque prélévement nous avons déterminé 12 indices et nous enavons fait la moyenne arithmétique. pondérés

Ces résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous et sur la figure 7

Inclu-! !sion: !	I	2	3	4 [!]	5	6
!Sul- ! !fures !	0,530	0,640	0,780	0,930	0,880	0,970
!Alumi-! !nates !	0,650	0,660	0,625	0,615	0,635	0,492

On remarque que la teneur en inclusion sulfureuse croit du pied vers la tête, tandis que la teneur en aluminate varie peu et decroit du pied vers la tête et ce principalement au voisinage de la tête.

Ceci permet de considérer les échantillons I à 5 pour les variations de la teneur en inclusion sulfureuse à aluminate constant et les échantillons 6-4-5 pour la variation de la teneur en aluminate à sulfure constant.

Remarque

Nous avons regroupé sur la figure (8) les variations de l'indice Jernkontoret pour les aluminates et pour les sulfures en fonction des variations de la teneur en aluminium et en soufre de la matrice.Onremarque que dans chaque cas indice et teneur varient dans le même sens avec toutefois des écarts importants.

D'autre part nous savons que pour les aciers calmés nous avons une accumulationdes oxydes vers le pied du lingot, deux hypothèses peuvent expliquer ce phénomène (réf 8).Dans une premiere hypothèse cette ségrégation serait due à un entrainement vers le bas des inclusions en cours de décantation par les cristaux métalliques libres qui prennent naissance dans la zone axiale du lingot dés que la température y franchit celle du liquidus, et qui tombent vers le bas (pied) en raison de leur densité plus grande que celle du liquide.L'autre hypothèse fait intervenir des facteurs mécaniques et physico-chimiques.La réaction d'inclusion oxydéesen voie de décantation sur le carbone du métal liquide qui les entoure provoquerait localement un appauvrissement en carbone decce métal et la naissance prématurée autour de l'inclusion d'une péllicule de métal àu point de solidification plus élevé et jouant le rôle de germe de solidification; L inclusion progréssivement alourdie d'une enveloppe de métal solidifié vera son ascencion arretée puis transformée en deseente.

La ségrégation des sulfures dans un acier calmé est influencée par leur séparation plus tardive dans l'intervalle de solidification. La teneur augmente légèrement de la périphérie vers l'axe ; le liquide mère s'enrichissant en soufre, une certaine possibilité de décantation subsiste qui contribue à l'enric' issement en sulfure au voisinage des masselottes.

C'est ainsi que la tête est plus riche en sulfure et moins riche en aluminates que le pied.

x	X	x		
	x	x		
		x		

x

×.

<u>Eprouvettes où le comptage des inclusions a été effectué</u>

Figure 6





II PROPRIETES GENERALES DES INCLUSIONS NON METALLIQUES

II-I Les aluminates de calcium

Il existe cinq phases intermédiaires dans le système : CaO-A1203 (figure 9).

> 3 Ca0- A1203 (C3A) 12 Cao-7A1203 (C12A7) 5 Ca0-3A1203 (C5A3) Ca0-2A1203 (CA2) Ca0-6A1203 (CA6)

Les propriétés physiques de ces différentes phases ont été regroupées ci-dessous :

Phase	I I	Point de fusion	Densité	! Micro dureté Kp/mm ² !
! C3A ! CI2A7 ! C5A2 ! CA2 ! CA6 !	T T T T	I535°C I455°C I605°C I750°C I850°C	! 3,04 ! 2,83 ! 2,98 ! 2,98 ! 2,91 ! 3,38 !	I I I I I I I I I I I

Les informations ont été recueillies par TROJER MUAN et OSBURU (Réf 9) sauf les microduretés qui ont été réalisées par R. KIESSLING (Réf 1).

II-I-1 Solubilité en phase solide

Dans les différentes phases d'aluminates de calcium,il peut être substitue différents oxydes:MnO-FeO-MgO peuvent se substituer à CaO de même Cr2o3 et Fe2O3 peuvent se substituer à A12O3. Ces différents oxydes sont souvent dissous dans les phases aluminates et dans les inclusions,lesquelles peuvent aussi dissoudre des oxydes de Titane, de Zirconium et de Vanadium.D'autres métaux peuvent également être dissous mais dans la plupart des cas les limites de solubilité sont encore mal connues.

II-I-2 Microscopie et analyse à la microsonde

Les inclusions d'aluminates de calcium présentes sous forme de gouttelettes dans le bain d'acier se retrouvent sous forme sphérique dans le lingot.

Les aluminates de calcium ne cristallisent pas facilement dans les conditons délaboration de l'acier et CaO et Al2O3 se rencontrent souvent comme des composants des inclusions à matrice viteuse.Les premiers stades de la cristallisation sont quelquefois visibles dans les inclusions calciques; la matrice vitreuse peut alors être opalescent et avoir une structure à grains trés fins.

L'inclusion la plus souvent rencontrée est du type CA2,les inclusions des types C3A CI2A7 CA6 n'ont pu être trouvées dans les inclusions de l'acier, mais ont été mises en évidence dans les produits résultants de l'action "laitier, réfractaire" dans les blocs de dolomite.

Nous n'avons pas analysé la structure cristalline des inclusions d'aluminate de calcium mais l'analyse à la microsonde;figure 4;décèle des traces de silicium et de magnésium dans certaines particules.



Figure 9

BUS

II-II Les sulfures de manganése

Ilexiste 2 phases intermédiaires dans le système Mn-S : MnS et MnS2.La phase MnS2 ne présentant pas d'intérêt pour l'acieriste ne sera pas retenue.Les inclusions du type MnS sont les plus fréquentes et aussi les plus importantes inclusions de sulfure dans les aciers modernes.Le diagramme d'équilibre Mn-MnS montre qu'il existe un domaine de non miscibilité pour les phases liquides entre 0,3 et 33,5% de soufre (en poids) figure IO.

<u>II-II-1 Formule chimique</u>

Cette phase a toujours la composition stoechiométrique et non un domaine d'homogénéité comme FeS.

II-II-2 Propriétes physiques

- point de fusion I6I0°C

- densité 3,99

- microdureté I70 Kp/mm²

- couleur in situ des inclusions gris clair

II-II-3 Solubilité solide

A température ambiante, la solubilité de l'oxygène est faible, mais les inclusions doubles avec les aluminates ou les silicates (contenant de l'oxygène) sont fréquentes. II-II-4 Microscopie et analyse à la microsonde

Les inclusions de sulfure de manganèse sont facilement reconnaissable au microscope optique;elles sont gris clair,légérement transparentes et inactives à la lumière polarisée.

Selon GAYDOS (Réf9) la transparence des sulfures est légérement colorée en vert s'ils sont purs et en rouge si des oxydes de manganèse sont présents.

La morphologie des sulfures de manganèse dépend de la transformation subie par l'acier.En utilisant la classification donnée par SIMS et DAHLE (Réf IO), la phase MnS peut être classée en trois catégories figure II: types I-II-III.

Type I

Type globulaire avec un grand nombre de tailles, souvent associé avec des composés oxygénés et avec une distribution dûe au hasard.C'est le type le plus courant des aciers éffervescents, où Si est le principal désoxydant.Il se trouve aussi bien dans les aciers au carbone que dans les aciers alliés.L'aspect des inclusions doubles de type I (MnS-Silicates) peut varier avec la teneur en oxygène (rapport soufre/oxygène).Ce type d'inclusions contient souvent des quantités variables d'autres éléments en solution solide.

Type II

Ils ont une structure dendritique et sont souvent appelés sulfure de joint de grains à cause de la distribution en chaine ou en fins précipités dans le lingot primaire aux joits de grains.

Quelquefois ils semblent s'être solidifiés selon un modèle eutectique, et on les trouve souvent cristallisés avec du corundon.On les rencontre principalement dans les aciers déoxydés à l'aluminium sans éxcés de celui-ci.

Type III

Il est de forme irrégulière et distribué au hasard dans l'acier.Il est un peu analogue au type I;cependant ceux du type trois sont presque toujours monophasés alors que ceux du type I sont généralement polyphasés.

On rencontre les inclusions du :

Type I

pour moins de 0,001% en poids d'aluminium.

Type II

Pour environ 0,07% en poids d'aluminium (additionné à <u>I Kg/tonne dans la poche</u>).



(985) (1145)



.

Type III

Pour environ 0,038% en poids d'aluminium (additionné à 700g/tonne dans le moule.

L'explication généralement acceptée pour la formation de ces 3 types de sulfures a été formulée par SIMS et DAHLE (Réf IO). Elle est basée sur l'observation suivante : la solubilité du sulfure dans l'acier liquide s'accroit avec une diminution de la solubilité de l'oxygéne.

A partir de ces observations générales R.KIESSLING (RéF I) a formulé les observations suivantes sur la formation des différents types de sulfures.

Les inclusions de types I sont formées dans les aciers éffervéscents ou semi calmés où l'oxygène contenu dans l'acier liquide est important et la solubilité du sulfure faible, donnant une précipitation de sulfure à température relativement élevée. La précipitation du sulfure est parallèle au processus de désoxydation et sulfure et oxygène sont précipités enmême temps à partir de l' acier liquide. Il en résulte , soit une précipitation primaire à partir de l'acier liquide d'un ensemble sulfure-oxyde, soit la formation

d'un sulfure et d'un silicate fondus riches en oxygène.Dans ces inclusions,MnS est précipité à partir du silicate fondu suivi par une cristallisation du composé oxygéné (silicate de manganèse ou aluminate),ce quand la température baisse.

Les inclusions de type II sont formées dans les aciers calmés, mais sans éxcés d'aluminitium et où l'oxygène contenu est faible. En conséquence ces aciers ont une grande solubilité en sulfure et la phase sulfure précipite avec les derniers parties à se solidifier. Les sulfures du type II se trouvent donc dans les joints de grains primaires avec une structure dendritique eutectique. L'alumine est formée par l'aluminium démoxydant, et le corundon joue souvent le rôle de noyau pour la phase sulfure etsetrouve mélangé avec celui-ci, mais dans une phase séparée. La teneur en aluminium dissous dans l'acier est toujours faible, par suite de l'utilisation modérée de désoxydant. La précipitation de sulfure de type II dépend plus de la température et de la teneur en oxygène que pour le type I où les sulfures précipitent à haute température et en présence d'oxygène.

Les inclusions de type III sont formées dans les aciers désoxydés avec un éxcés d'aluminium.L'oxygène contenu dans l'acier est faible mais la solubilité des sulfures est faible comparée à celle des aciers formant des sulfures de type II.Ceci est dû à la haute teneur en aluminium dans l'acier liquide.Ces sulfures sont précipités à température élevée (avant ceux du type II) et sont généralement monophasés.

II-II-5 Déformation des sulfures

Quand la matrice acier est déformée, la phase MnS plastique se déformera également.Les inclusions de sulfure formeront des chaines s'allongeant dans le sens de déformation de la matrice: chaine de sulfures dans une billette laminée et sulfures en plaque dans des tôles laminées.

L'addition de terres rares change la morphologie des inclusions de sulfure en favorisant la sphéroïdisation de l'inclusion. De même cette sphéroïdisation peut être obtenue par traitement à chaud.

II-II-6 Sulfures rencontrés dans notre acier

Nous avons observé des sulfures de type III ce qui était prévisible puisque nou s avons utilisé un acier calmé à l'aluminium (figure 11).Enplus des sulfures simples allongés dans le sens du laminage nous avons recontré des inclusions mixtes de sulfure et d'aluminate.

II-III Comportement des inclusions non métalliques dans les acters

II-III Comportement des inclusions non métalliques sans les aciers La plasticité des inclusions comparée à celle de l'acier

a une grande importance dans le comportement de celui-ci.Si la phase acieret les inclusions ne subissen t pas la même déformation durant la transformation, les inclusions peuvent être une source potebtielle de défauts dans l'acier, et au contraire elles peuvent parfois en améliorer les propriétés par leur action sur la plastification de la phase acier.C'est une des raisons pour laquelle une connaissance de la métallographie des inclusions est importante.

Une approche du problème de la déformation des inclusions in situ résultant de la déformation de la phase acier est difficile et complexe.Non seulement une connaissance des propriétés physiques et mécaniques des différentes phases de l'inclusion est nécessaire, mais l'influence de la température et de la préssion doit être connue. Aussi une analyse du modèle contrainte-éffort à l'interface acierinclusion est nécessaire.Même cette approche est une grande simplification, car l'acier lui-même est composé de différentes phases de propriétés différentes.

II-III-1 Concept de l'indice de déformabilité

Une méthode simple de comparaison de la déformabilité de l'inclusion à celle de l'acier a été étudiée par SCHEIL et SCHNELL (Réf 12).Ils ont étudié des échantillons d'acier contenant des inclusions d'oxyde et de sulfure avant et après différentes déformations par comprèssion.Le taux de déformation des échantillons est comparé au taux de déformation des inclusions globulaires lesquelles sont transformées en éllipsoïdes.Par cette méthode,la déformabilité des inclusions d'oxyde et de sulfure peut être comparée avec la déformabilité de l'acier à différentes températures (figure 12).

PICKERING (Réf 11) dans son étude sur l'effet du travail à chaud sur différents types d'inclusions, mesure la déformation de l'inclusion dans des barreaux laminés dans des microsections paralleles à l'axe de laminage où la déformation des inclusions donne des èllipses.On montre que dans une masse d'acier pour toutes les inclusions sphériques transformées en des éllipsoïdes le rapport longueur/largeur de l'inclusion est constant pour n'importe quelle section parallèle au grand axe de l'éllipse.Ce rapport calculé à partir de n'importe quelle section longitudinale donnera la valeur générale du rapport grand axe/petit axe pour cette inclusion.

Pour l'acier lui-même on montre que la réduction de la section transversale de Fo àF1 correspond un rapport longueur/largeur a/b ou b/a tel que b/a= (Fo/F1)³⁷.La comparaison de ces deux rapports donne une idée de la plasticité relative inclusion/acier.

MALKIEWICZ et RUDNICK ont défini un indice de déformabilité () pour les inclusions.

E = $Log \frac{b}{a}$ = élongation de l'inclusion **E** = $\frac{3}{2}$ Log $\frac{Fo}{F1}$ = élongation de l'acier



L'indice de déformabilité varie de 0 pour les inclusions ne changeant pas durant le laminage à I pour les inclusions qui ont la même élongation que l'acier.Des valeurs supérieures à I ont pu être obtenues dans certains cas.

Il est intéressant de suivre les variations de l'indice de déformabilité en fonction de la température.Les courbes obtenues sont rassemblées dans la figure 12.

Si les inclusions non métalliques s'allongent moins que l'acier, des contraintes se forment qui conduisent généralement à des fissures ou à d'autres discontinuités entre les inclusions et la phase acier.

Pour un indice de déformabilité égal à I,les inclusions

s'allogent de la même maniere que l'acier.Les forces de liaison à l'interface acier-inclusion ne sont pas rompues et il n'apparait pas de discontinuités entre les inclusions et la phase acier. Pour les valeurs intermédiaires; D compris entre 0 et I; il y a apparition : soit d'inclusions en forme de queue de poisson, soit de trous coniques. Dans le premier cas les couches externes des inclusions se sont allongées dans la direction de l'écoulement de l'acier, mais les liens acier-inclusion sont rompus et ilse forme simultanément une inclusion en queue de poisson et un trou conique (figure 13). Dans le second cas l'écoulement de l'acier conduit uniquement à la formation d'un trou conique.

On remarque que pour > compris entre 0,5 et I les apparitions de fissures et de trous sont peu fréquentes, alors que pour > compris entre 0 et 0,3 les trous coniques et les inclusions en forme de queue de poisson sont fréquents.Une des conditions pour que les inclusions soient inoffensives ou même bénéfiques est que celles-ci participent à l'écoulement plastique de l'acier durant le travail à chaud; c'est à dire qu'elles aient un indice de déformabilité assez élevé.

<u>II-III-2 Facteurs influençant la déformabilité des inclusions</u> <u>a) Influence du taux de réduction</u>

Les valeurs de la plasticité relative pour différentes phases inclusion sont généralement plus élevées pour les petites réductions que pour les grandes.Ceci est dû au fait que les inclusions déformées offrent moins de résistance à l'écoulement du métal que les inclusions sphériques.A partir de résultats expérimentaux on constate que la baisse de plasticité est plus importante pour les inclusions de sulfure que pour les inclusions d'oxyde.

b) Influence de la taille de la particule

Cette influence est vraisemblablement due aux forces existant à l'interface inclusion-acier.Les petites particules se déforment moins qu e les grandes et commencent seulement à se déformer à basse température et pour les fortes strictions. UCHIYAM et SAMITA donnemles courbes de correspondances entre la déformation et la taille de l'inclusion (figure 14).

c) Nature de l'inclusion

Les travaux de SCHEIL et SCHNELL (Réf 12) montrent qu'il y a une différence fondamentale entre le comportement des sulfures et celui des oxydes.Les inclusions d'oxyde sont cassées à basse température, mais à des températures comprises entre 900°C et I250°C (en fonction de leur teneur en SiO2),leur déformabilité dans des échantillons en compréssion est comparable à celle de l'acier.Les sulfures se déforment plastiquement de la même manière entre 80°C et I260°C.

II-IV Cas particuliers des inclusions rencontrées dans notre acier

Comme nous l'avons vu précédemment ,nous avons principalement rencontré des sulfures de manganèse et des aluminates de calcium. II-IV-1 Les aluminates de calcium.

Les aluminates de calcium observés sont des types CA et CA2 décrits précédemment.Ils ont un point de fusion élevé et ils sont durs.Toutes les observations montrent que les aluminates de calcium ne se déforment pas et qu'ils possédent un indice de déformabilité » = 0.Les aluminates de calcium apparaissent souvent avec des oxydes doubles du type spinelle.Pour des déformations importantes ils sont écrasés et apparaissent en cordon (figures 4A). II-IV-2 Les sulfures de manganèse

En général MnS a un indice de déformabilité voisin de un et ce quelque soit la température (figure 12).Sous des conditions de charge favorable MnS sera plus déformé que l'acier environnant. On montre que MnS et l'acier ont des caractéristiques de déformabilité suffisamment voisines pour que le glissement qui commence dans l'acier puisse continuer à travers l'inclusion de sulfure et reprendre dans l'acier si le cristal est convenablement orienté

(figure I6).

Le modèle de déformation de MnS a été profondément analysé.Le glissement est <110 > et le glissement secondaire se produit sur le plan (110) tandis qu'on n'a pu mettre en évidence de glissement dans la direction <100>.Les clivages (100) ou selon le plan (110) se produisent suivant les conditions de charge .Le mécanisme de la déformation ou la probabilité de fracture dépendent de l'orientation du cristal MnS (figure 16).

Les déformations relatives MnS-acier dépendent également de la dureté relative des deux phases.Les courbes de dureté à chaud de MnS (figure 14) montrent que cette phase est sensiblement aussi dure que la ferrite pure et que l'austénite au dessous de I000°C; mais plus malléable que les microstructures rencontrées dans les aciers au carbone.ON voit que la dureté relative acier-MnS change fréquemment entre 20°C et I000°C.Ainsi MnS est plus dur que le fer pur au dessous de 200°C, plus mou entre 200°C et 600°C, plus dur aux alentours de 900°C et de nouveau plus mou au dessus de I000°C.De petits changements dans les phases ;un changement de l'orientation de l'inclusion, un changement du type d'acier (composition ou traitement) ou une dissolution du métal dans MnS;ont une grande importance sur le comportement relatif acier-inclusion (figure 16).Selon DAHL (Réf 19) la déformation des sulfures, durant le laminage à des températures comprises entre 850°C et I300°C, croit dans 1'ordre I-II-III pour les différents types de sulfures II-V Résultats éxpérimentaux

Comme nous l'avons décrit précédemment les inclusions de sulfure rencontrées dans notre acier sont du type III. Nous n'avons pas recherché l'orientation de chacune de nos inclusions, mais nous pouvons penser avoir une distribution statistique des orientations avant laminage. l'indice de déformabilité caculé à partir d'inclusions prélevées au hasard représentera la valeur moyenne des indices pour les différentes orientations.

II-V-1 Détermination de l'indice de forme

L'indice de forme est défini comme étant le rapport grand axe/petit axe ou le rapport b/a vu précédemment.Afin d'avoir une valeur, nous avons mesuré le rapport b/a pour environ I000 inclusions observées au hasard sur l'ensemble des éprouvettes.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous

-1 10-1	$\frac{1}{1}$ I-2	$\frac{1}{1}2-3$	¹ / ₁ 3-4	¹ / ₁ 4-5	¹ 5-6	6- 7	7-8	¹ 8-9	9-I0 ^I	II I
ΙI	I 2	I 6	! 8	I I3	I 20	I 37	47	I 77		76 <u>!</u>
<u>I</u> 12	· I3		! I5	1 6	. 17	I8	19	! 20	21	+21
I I 74	I 83	I 88	I 90	I 1 94	I 78	1 79	65	1 58	44	35

On obtient donc une valeur moyenne de b/a = I3,4

$$\mathbf{\hat{E}} = \log \frac{b}{a} = I, I2$$

II-V-2 Calcul de l'indice de déformabilité

L'indice de déformabilité a été défini comme étant le rapport de l'élongation de l'inclusion sur l'élongation de l'acier. $b = \frac{\epsilon_i}{\epsilon_s}$ Or $\epsilon_s = 3/2 \log Fo/F1 = I_{,22}$

Nous avons donc
$$\mathbf{y} = \frac{\mathbf{\xi}_{1}}{\mathbf{\xi}_{2}} = 0,92$$

Comme on pouvait s'y attendre le résultat est voisin de l'unité.Les sulfures semont déformés de la même maniere que la matrice acier et de ce fait il ne subsistera pas de contrainte particuliere autour de l'inclusion.Celle-ci se comportera comme une fissure, sans contrainte au repos mais donc l'effet de pointe sera important dans le processus de rupture par choc.



Figure I3 Schéma de format ion d'inclusion en queue de poisson







Figure I5



B TECHNIQUE EXPERIMENTALE

I PRINCIPES GENERAUX DES MESURES EXTENSOMETRIQUES A L AIDE DES JAUGES A TRAME PELLICULAIRE

I-I Généralités

Les mesures extensométriques à l'aide de jauges à trame pélliculaire, sont en réalité des mesures de variation de résistance ěléctrique.Or ce qui nous intéresse est la déformation que subit la pièce.S'il y a un facteur fixe qui lie la variation de résistance à la variation de longueur, nous pouvons obtenir l'un en mesurant l'autre.Ce facteur existe, on l'appelle: Facteur de jauge K.

$$K = \frac{dR/R}{d1/1} = \frac{dR/R}{\epsilon}$$

Or R = $\ell 1/s$
Soit $\frac{dR}{R} = \frac{d\ell}{\ell} + \frac{a1}{1} - \frac{dS}{s}$

Si est le coéfficient de Poisson, nous avons:

$$dS = Sf - Si = Si(1 - \mu \xi)^{2} - Si = 2Si\mu\xi$$

$$\frac{dS}{S} = -2\mu \frac{d1}{1}$$
Soit:
$$\frac{dR}{R} = \frac{dP}{\xi} + \frac{d1}{1}(1 + 2\mu)$$

En réalité si nous faisons intervenir le coéfficient de piézoéléctricité, nous aurions:

$$\frac{\mathrm{dR}}{\mathrm{R}} = \frac{\mathrm{d1}}{1}(1+2\mathbf{p}+\mathbf{h}\mathrm{E})$$

Avec: E Module de YOUNG

T Coéfficient de piézoéléctricité

Le facteur de jauge K sera donc égal à;1+2 + E;soit une valeur voisine de 2.

I-II Performances des jauges en dynamique

Comme nous étudions le phénomène de rupture par choc,phénomène par conséquent trés rapide,ilest indispensable de savoir si les jauges permettent de suivre un phénomène aussi rapide. I-II-1 Fréquence limite

La notion de fréquence limite permet d'approcher de façon simple les performances maximales d'une jauge en dynamique.

Considérons en effet une jauge de longueur de grille Lg collée sur un barreau sollicité en déformation par une onde stationnaire de longueur d'onde Λ , voisine de la longueur de grille.Dans ce cas l'effet reçu par la jauge est nul, et, en régle pratique la longueur de grille doit être inférieure à 1/10 de la longueur d'onde.

$$Lg \leqslant \frac{\Lambda}{10} \qquad \text{soit:} \quad f \leqslant \frac{V}{10Le}$$

En pratique une jauge de 5mm collée sur de l'acier a une fréquence limite de IMHz, soit une fréquence d'utilisation normale de IOO.000Hz.

I-II-2 Réponse à un échelon. Temps de montée

a)Propagation d'un échelon dans un barreau

Considérons une jauge de longueur de grilli Lg collée sur un barreau cylindrique encastré de longueur L.Lagrille étant orientée
dans le sens du barreau.A l'instant to, on applique instantanément à l'extrémité libre du barreau, une force uniformément répartie sur la section S.On réalise ainsi la distribution suivante de contraintes dans la section d'abscisse X=0:

$$\mathbf{F}_{\mathbf{xo}} = \mathbf{F}/\mathbf{S}$$

 \mathbf{et}

 $\mathbf{\xi}_{xo} = + \mathbf{\xi}_{xo} / E$ représente la distribution correspon-dante de déformation. $\mathbf{\xi}_{xo} = -\mu \mathbf{\xi}_{xo}$

toujours à l'instant to et pour 0 < x < t1 le barreau est au repos et l'on a : $\xi_x = \xi_v = 0$

lorsque t augmente, l'échelon de déformation ainsi réalisé va se déplacer dans le barreau à la vitesse du son V.Ainsi à l'instant t= to la distribution des déformations ξ_x sera la suivante :

pour $0 \le x \le \frac{x_1}{x} = 0$ $\xi_x = \xi_{x0}$ $\psi(t1-to)$ pour $x_1 \boldsymbol{\zeta} \times \boldsymbol{\zeta} L$.

A l'instant t tel que; $L = V(t_L-t_0)$; l'échelon atteindra l'encastrement et à partir de ce moment le phénomène se compliquera (réflexion dans le cas de changement de milieu); mais ceci est hors de propos, car ce qui nous intéresse se situe entre to et t₁.

b) Réponse à un échelon - Temps de montée

Déterminons la forme de l'information donnée par la jauge lors du phénomène décrit précedemment.La jauge se situe entre les sections A et B du barreau, d'abscisses respectives x_a et x_b . Ces ab-scisses sont atteintes par l'échelon de déformation au temps : t_a tel que $x_a = V(t_a-to)$

 t_b tel que $x_b = V(t_b-t_b)$

Pour t < t_a la jauge n'est soumise à aucune déformation et $\mathbf{\xi}_{\mathbf{x}} = 0$ Pour t < t_b la jauge est soumise à $\boldsymbol{\xi}_x = \boldsymbol{\xi}_x$ l'échelon a dépassé la jauge.

A condition de supposer négligeable le temps de transfert de la déformation du barreau à la jauge (ce qui correspond à une épaisseur faible de support et de colle, ces intermédiaires possédant d'autre part de bonnes propriétés mécaniques)et avec l'hypothèse de la proportionnalité entre l'information et la longueur de grille soumise à l'échelon, l'information varie linéairement entre les instants t et t de la valeur 0 à la valeur xo.Pour la jauge nous aurons t -t = Lg/V.Le temps de montée est par définition l'inter-valle séparant les instants où l'information atteint 0,Ixo et 0,9xo, soit:

$$t_m = \frac{0.8 \text{ Lg}}{V}$$

c) Bande passante - Fréquence de coupure

La détermination de la bande passante se fait en analysant le système point par point dans le domaine des fréquences.La détermination du temps de montée (temps de réponse à un signal à front raide)est une analyse globale.Le spectre des fréquences d'un tel signal est très riche.Dans le cas où ces systèmes sont convenablement amortis la relation entre la bande passante (qui est limitée à la fréquence de coupure fc)et le temps de montée est la suivante :

t_m fc =0,35

-15-

A l'issue de cette étude sur la bande passante et le temps de montée, la jauge apparait comme dotée d'une bande passante et d'un temps de montée remarquables qui la rendent particuliérement apte à des études de phénomènes trés rapides tels que chocs, propagation d'ondes et d'impulsions...

II-MISE AU POINT EXPERIMENTALE

<u>II-I Appareillage</u>

Nous donnerons le schéma d'ensemble de l'installation et le principe de fonctionnement. Réf 16;17.

L'installation comprend 5 grandes parties:

- _1'alimentation
- -le pont de jauges
- -1'amplification

-l'oscilloscope et son mécanisme de déclanchement

-l'ensemble photographique



Au moment du choc le pont de Wheatstone est déséquilibré suite aux variations de résistance des deux jauges actives.La différence de potentiel est après amplification, visualisée sur l'oscilloscope.Un appareil photographique permet de conserver la figure apparue sur l'écran de l'oscilloscope.

L'alimentation est constituée par une batterie de 6 Volts qui convenablement chargée donne un courant continu trés stable.

Le pont de jauges est constitué par 4 jauges:2 jauges actives et 2 jauges inactives.Les jauges de même nature sont placées dans les branches opposées du pont,elles ajoutent ainsi leurs effets augmentant la sensibilité de l'installation.Les jauges ont été choisies parmi les plus petites afin d'atténuer la sensibilité aux vibrations parasites.Leur résistance est de I20 ohms.Après collage et protection,l'isolation jauge-couteau doit être controlée,si la résistance mesurée est supérieure à I000 Méga Ohms,la protection et le collage sont satisfaisants.

Le signal obtenu étant trés faible , de l'ordre de 1/100 de microvolt, l'utilisation d'un amplificateur puissant et à large bande passante est indispensable.

Le déclenchement du balayage est réalisé par un microcontact actionné par le passage du pendule.

L'appareil photographique est déclenché 1/5 de seconde avant l'impact par un contacteur actionné par le le passage du pendule.

II-II Exploitation des enregistrements

Les éssais préliminaires ont été éffectués sur un acier XC 38 chauffé à 850°C pendant une heure.Nous avons opéré entre -20°C et + 120°C de maniere à parcourir toute la courbe de transition de résilience.Les oscillogrammes obtenus sont rassemblés figure 17. <u>II-II-1 Forme générale des courbes éffort-temps obtenues pendant</u>

	-	ч×	A 🗸	~~~		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	$\sim \sim \sim$	~~	-
_	and the local division of the local division				_	and the second second		A COMPANY OF MANY	_
					1		- •		
		10	. ~ ~ 5	17	d O	10001	1101	100	
					uu	1001		100	

sur:

Le dépouillement de ces courbes, figure 18, nous renseigne

-Limite d'élasticité inférieure et supérieure Fc, et Fc

-charge à la rupture fragile F_{fr}

-chute de la charge pendant la rupture fragile F_{ch}

<u>-temps jusqu'à rupture fragile t</u>fr

-énergie absorbée avant et après rupture fragile E_{fr} et $E_{t}-E_{fr}$ -énergie totale absorbée E_{t}

II-II-2 Etalonnage de l'appareil

Les temps sont mesurés directement sur les oscillogrammes, ils correspondent aux valeurs données par l'oscilloscope.Les charges ne pouvant être données directement par l'oscilloscope, un étalonnage est nécéssaire.

TERREZA et NUNEZ (Réf I8) ont proposé une méthode tenant compte du ralentissement du pendule pour calibrer l'axe des charges. En appliquant au choc le principe de la conservation de la quantité de mouvement: MdV = F(t)dt

ils ont, à l'aide des résultats de l'éssai classique, pu étalonner l'axe des charges.

A partir de la courbe:charge-temps,figure I9,ils ont pris une charge moyenne Fm telle que la surface OABD soit égale à la surface OCD.



 $Fm = \frac{MdV}{tf}$

figure 19

L'énergie appliquée est constante (donnée par le constructeur) et conditionne la vitesse initiale du marteau.On a :

- Vo = vitesse initiale du marteau = $\sqrt{\frac{2Ea}{M}}$

- V1 = vitesse finale du marteau = $\sqrt{\frac{2(Ea-Et)}{M}}$

- dV =Vo-V1 = variation de la vitesse au cours du choc

- tf = temps pendant lequel la charge agit

- M = masse du marteau

-Ea = énergie appliquée

ce qui conduit a : Fm = MdV

$$= \frac{MdV}{tf} = \frac{M(\sqrt{2Ea} - \sqrt{2(Ea - Et)})}{tf \sqrt{M}}$$

Fm ainsi calculé, il ne reste plus qu'à attribuer à un centimètre la charge qui lui correspond.

L'axe des temps est étalonné à 0,5 milliseconde/centimètre L'axe des charges est étalonné à 350 décanewton/centimètre II-II-3 Valeurs utilisées pour notre étude

Les valeurs servant pour le calcul de la ténacité sont : la résilience, le temps jusqu'à rupture fragile, la cristallinité et la charge à la rupture fragile. La résilience est donnée directement par le mouton pendule, le temps à la rupture fragile et la charge à la r rupture fragile sont donnés par lecture des oscillogrammes et la cristallinité sera calculée à partir de la charge à la rupture fragile et la chute de charge à la rupture fragile (réf I7),

cristallinité = <u>chute de charge à la rupture fragile</u> charge à la rupture fragile



80 °C

100 °C

COURBES EFFORT-TEMPS A DIFFERENTES TEMPERATURES

Figure I7

BUS



ALLURE GENERALE DES COURBES FORCE-TEMPS





C GENERALTES SUR LES RUPTURES

I- FACIES MACROSCOPIQUES DE RUPTURE

A l'échelle macroscopique, les surfaces de rupture sont loin d'avoir des formes simples; on peut cependant considérer deux modes principaux de rupture:

-la rupture plate et la rupture inclinée; figure 20.

La rupture plate correspond à une surface de rupture perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale. On la trouve généralement dans des ruptures se produisant avec une déformation plastique faible (c'est le cas par exemple des ruptures fragiles des aciers présentant une transition ductile-fragile).

la rupture inclinée s'accompagne souvent d'une forte déformation plastique.

Dans la plupart des cas nous avons une rupture mixte (figure 20).

I-I Modes de rupture

Considérons un état initial dans lequel une fissure plane est soumise à un système de forces.Supposons de plus que la propagation de cette fissure se fasse dans son plan.On montre alors que l'état le plus général de propagation peut être ramené à la superposition de trois modes simples (figure 21).

-mode I (mode par ouverture).Les surfaces de la fissure se déplacent perpendiculairement l'une à l'autre.

-modeII (glissement droit).Les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan et dans une **direction** perpendiculaire au front de fissure.

-mode III (glissement vis).Les surfaces de la fissure se déplacent dans le même plan etdans une direction parallèle au front de fissure.

La surface de rupture plate décrite précédemment correspond au mode I de rupture, de même une rupture inclinée correspond à une superposition des modes II et III.

Il faut signaler que les rupture dangereuses sont généralament des ruptures de mode I.C'est pour cette raison que la plupart des études de la mécanique de la rupture portent sur ce mode. I-II Contraintes planes-Déformations planes

Pour préciser les idées, nous allons voir comment on peut obtenir différents modes de rupture avec une éprouvette soumise à un éffort uniaxial.Considérons doncune éprouvette fissurée rompue en traction. Dans la plupart des cas, ilexiste au centre de l'éprouvette une rupture plate de mode I puisque la contrainte principale est alors perpendiculaire à la surface fissurée; en fait c'est le dépassement d' une valeur critique pour la contrainte normale qui est responsable de la propagation de la fissure en mode I.La forte triaxialité empêche toute déformation par cisaillement.

Sur les faces de l'éprouvette ,on observe une rupture inclinée qui correspond à la superposition des modes II et III.Dans ce cas la triaxialité des contraintes est faible,ce qui permet une propagation de la fissure par ciscaillement.

Pour définir l'état des contraintes, nous envisagerons deux cas simples qui représentent bien ce que l'on observe expérimentalement.

On peut dire que l'on est dans un état de contraintes planes si avec les motations de la figure 22 on a :

 $\sigma_z = \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$

On obtient un tel état dans une tole trés mince soumise à des éfforts parallèles et dans son plan.

On dira que l'on est dans un état de déformations planes si l'on a: $7_{xz} = 7_{yz} = 6_z = 0$

On obtient cet état dans la zone centrale a'une tole épaisse (alors que sur les faces latérales on est dans un état de contraintes planes.Le fait d'être en état de déformations planes au centre entraine que dans le plan de la fissure : $\mathbf{v}_z = \mathbf{y}(\mathbf{v}_x + \mathbf{v}_y) = 2\mathbf{y}\mathbf{v}_x$

car x = y dans le plan de la fissure.Les trois contraintes principales sont alors :

 $\mathbf{G}_{\mathbf{X}}$ $\nabla y = \sigma x$ $\overline{\nabla z} = 2\mu \widetilde{\Omega x}$

Dans le cas de contraintes planes les trois contraintes principales sont :

> $\mathbf{r}_{\mathbf{x}}$ $\mathbf{G}_{\mathbf{y}} = \mathbf{G}_{\mathbf{x}}$ $\mathbf{\tilde{s}}_{\mathbf{Z}} = 0$

Les triaxialités étant différentes, les modes de rupture ne seront pas les mêmes.

Différents faciès macroscopiques de rupture





Mixte

Mixte

Mixte

inclinée

Plate







Sens de propagation de la fissure





Contrainte au voisinage de l'éxtrémité d'une fissure

Figure 22



Distribution des contraintes enfond de fissure



II PROPAGATION BRUTALE D'UNE FISSURE

Nous verrons successivement le critère de contrainte K et le critère énergétique et nous developperons ce dernier. II-I Critère de contraintes

Nous admettons que la rupture s'initie à fond de fissure dans le plan où la contrainte normale est maximale.La rupture se produit lorsque le facteur d'intensité de contrainte atteint une valeur critique Kc.

En mode I, cette valeur K1c caractérise quantitativement la résistance du matériau à la propagation brutale en mode I et en déformations planes.K1c est indépendant des géométrie de l'entaille et de l'éprouvette.Les critères de rupture correspondent à une distribution critique des contraintes en fond de fissure (figure 23). II-II Critère énergétique

Physiquement, pour que la fissure se propage, il faut fournir au matériau une certaine énergie (rupture des liaisons atomiques correspondant à une augmentation importante de l'énergie superficielle, déformation plastique,...).

Considérons un solide contenant une fissure de longueur 2a (figure 24), soumis à un système de forces extérieures Fi dérivant d'un potentiel Mi.Si la longueur de la fissure augmente virtuellement de da,on a une diminution de l'énergie potentielle globale Wp par unité d'épaisseur.

dWp = Wp2 - Wp1 = Gda

G est une énergie par unité de surface crée.Onpeut en négligeant la variation d'énergie cinétique expliciter l'expréssion de G sous la forme :

Gda = -(dWi + dWel)

dWi est le travail de la force Fi par unité d'épaisseur.
dWel est la variation d'énergie élastique du corps par unité d'épaisseur.

- G est l'énergie disponible pour faire avancer la fissure. G est désigné en anglais sous le nom de "Strain Energy Release Rate" c'est à dire énergie élastique libérée par unité de surface de progréssion de fissure.Ce terme est imprope car si l'on se reporte à la formule: Gda = -(dWi + dWel),G englobe aussi un terme - dWi égal au travail des forces extérieures.Aussi nous sommes conduits à une autre notion:celle de "force d'extension de fissure" ou "crack extension force" en anglais.

Si l'on se reporte à la dimension de G qui est une énergie de surface, c'est à dire FL/LL on constate que ceci s'écrit aussi F/L, c'est à dire une force par unité de longueur.

On vient de voir que l'énergie potentielle libérée par unité d'épaisseur au cours de la propagation da est Gda.Si l'on suppose qu'il existe une force fictive F par unité de longueur du front de fissure, le travail de cette force pendant la propagation est Fda.IL revient donc au même au point de vue énergétique de dire que :l'énergie disponible pour faire avancer la fissure est la diminution d'é nergie potentielle Gda ou est le travail d'une force fictive Fda avec G = F.

F est appelé par les Anglo-saxons : "Crack Extension Force" que l'on peut traduire par "Force d'Extension de Fissure". II-II-1 Energie critique de propagation

La fissure se propage brutalement lorsque la force d'extension de fissure atteint une valeur critique telle que l'énergie disponible soit égale au travail à fournir pour rompre les liaisons. Cette valeur s'appelle Gc et en mode I nous avons G1c.

Nous étudierons le cas théorique du calcul de Gc par la méthode de la compliance et nous ferons ensuite le calcul approché à partir des données obtenues au mouton pendule charpy instrumenté. <u>II-II-2 Calcul de Gc dans DEUX cas simple</u>.

La figure 25 représente un corpscontenant une fissure

En B,l'énergie élastique Eel décroit manifestement.

En C,lorsque la fissure augmente de da,le corps devient plus flexible,le poids descend et fournit de l'énergie élastique: Eel augmente.

Les cas B et C éclaire les affirmations du paragraphe précédent sur le critère d'énergie et en particuliers la formule $Gda = -(\Sigma dFi + \Sigma dEel)$.

En B,c'est l'énergie (qui diminue pendant la propagation) qui a été utilisée pour faire progrèsser la fissure.

En Cl'énergie élastique augmente, en revanche l'énergie potentielle diminue (descente du poids) et c'est une partie de cette diminution d'énergie potentielle qui est utilisée pour faire progrég--ser la fissure.Dans ce cas Eel + Epot diminue.

L'énergie dissipée Gda = -(d(Eel + Epot))

En C l'énergie par unité d'épaisseur est : Eel = 1/2 Fz

D'autre part, z est proportionnel à F z = C(a)F

C(a) qui caractérise la rigidité est appelé compliance et dépend de la longueur de la fissure.

On peut alors écrire:

Ee1 =
$$1/2C(a)F^2 = 1/2z^2$$

Ee1 = $1/\frac{2z^2}{C(a)}$ $\overline{C(a)}$

L'énergie potentielle du poids est: Epot = $-zF = C(a)F^2$ Supposons que la fissure avance de da, comme F est constant $dEel = 1/2 \frac{dC(a)}{F^2}F^2$

$$-7 = \frac{1}{da} F$$

$$dEpot = - \frac{dC(a)}{da} F^2 da$$

dEtot = dEel + dEpot = 1/2 dEpot = -dEel

Par conséquent, le travail effectué par la force F est utilisé pour moitié à augmenter l'énergie élastique et l'autre moitié re présente l'énergie disponible pour faire avancer la fissure. On a alors: Gda =- dEtot = 1/2dEpot

$$Gda = \frac{1}{2} \frac{dC(a)}{da} F^{2} da$$
$$G = \frac{1}{2} F^{2} \frac{dC(a)}{da}$$

Considérons maintenant le <u>cas B</u>, la variation d'énergie totale est égale à la variation d'énergie élastique, la variation d'énergie pottentielle étant nulle.

Eel =
$$\frac{1}{2C(a)}$$

dEel = $\frac{-1}{2C(a)} \frac{dC(a)}{da} da$
dEtot = dEel = $\frac{1}{2} F^2 \frac{dC(a)}{da} da$

Dans ce cas,il faut considérer F comme la force de réaction sur les parties fixes.

Dans les deux cas, l'énergie est la mêmle que nous ayons une machine









с ///// Sa Z F

b Systeme infiniment dur c Systeme infiniment moux

303 014

infiniment dure ou infiniment molle, et la valeur obtenue de G est la même :

$$G = \frac{1}{2} F^2 \frac{dC(a)}{da}$$

que nous expliciterons dans le cas du mouton pendule charpy instrumenté.

III- CONSIDERATIONS SUR L'ENERGIE ABSORBEE DANS L'ESSAI CHARPY.Réf 20 L'éssai Charpy indique que l'énergie après le choc ust

l'énergie appliquée Eap minorée d'un terme Eab correspondant à l'énergie absorbée par l'échantillon.

La vitesse initiale et la vitesse finale du couteau peuvent être connues à partir de l'énergie appliquée et de l'énergie absorbée,dV étant la perte de vitesse durant le choc on peut écrire:

$$Eab = \frac{M}{2} (Vo^2 - Vf^2) = MVmdV$$

Vm est la moyenne arithmétique des 2 vitesses.

Pour tenir compte de la diminution de vitesse pendant le choc TELENEHOUGH propose une correction à l'énergie absorbée calculée à partir des oscillogrammes en supposant la vitesse constant égale à la vitesse initiale.Réf 21.

> Eab, énergie obtenue en ne tenant pas compte du ralentissement du couteau.

E'ab,énergie corrigée;énergie réelle absorbée. M,masse du couteau. Vo,vitesse initiale. Vf,vitesse finale

dV,Vo-Vf

ou

Eab - E'ab = MVodV - $\frac{M}{2}$ (Vo²-Vf²) Eab - E'ab = MVodV - $\frac{M}{2}$ (Vo + Vf) dV = $\frac{M}{2}$ dV² Eab - E'ab = $\frac{MdV^2}{2MVo^2} = \frac{Eab^2}{4Eap}$ E'ab = Eab - $\frac{Eab^2}{4Eap}$

IV- RELATION ENTRE LA CHUTE DE LA FORCE DE LA COURBE FORCE-TEMPS ET L'ASPECT MACROGRAPHIQUE DE LA FRACTURE

Les figures 26 et 27 nous permettent d'étudier les différents types de rupture et l'aspect macrographique des surfaces de rupture.

La figure 26 nous montre:

-d'une part l'aspect général d'une rupture mixte fragile ductile,

-d'autre part la courbe force-temps qui lui est associée. Nous pouvons définir les valeurs suivantes:

- e_A largeur de la zone fragile
- ^dA longueur de la zone fragile
- dF chute de la force
- F Force à la rupture fragile
- h épaisseur à fond d'entaille
- a, avancement de la fissure au temps t.

La figure 27 nous montre les différentes courbes force-temps que l'on peut obtenir.L'analyse de ces courbes nous donne:

-en A rupture fragile $e_{A} = 1$

-en B rupture mixte fragile-ductile

-en C rupture mixte ductile-fragile-ductile

-en C rupture mixte ductile-fragile nous avons: $F_A - F_B - F_C - F_CA$ qui représentent les charges maximales F_R la charge (ou force) à la rupture fragile. Pour A et B pous avons $F_A = F_R$ et $F_B = F_R$ et

Pour C et C_A nous avons $F_R < F_C$ et $F_R < F_{CA}$

Dans tous les cas dFi représente la chute de la charge à partir de la charge àla rupture fragile.

-Fi,force au temps ti

-tr, temps à la fin de la rupture fragile à partir de ta -ta-tb-tR, temps à l'amorçage de la rupture fragile -to ,temps total de rupture

-ti ,temps à partir de la rupture fragile

La cristallinité est égale au rapport :surface fragile sur surface totale ; soit : $e_A d_A / h$ (le côté de l'éprouvette étant égal à 1cm). D'autre part la cristallinité est égale à dF/F_R , Réf 17; nous pouvons donc écrire : $\frac{dF}{F_R} = \frac{e_A^d A}{h}$.

Dans le cas de matériaux fragile on peut admettre que la chute de charge est une fonction linéaire du temps, réf 18. On a alors : $\frac{Fi}{F_p} + \frac{ti}{tr} = 1$

nous avons d'autre part: 0 = ta ti ζ tr (en prenant comme point de départ l'amorçage de la rupture fragile), et nous pouvons écrire: $Fi = -Kti + F_R$

 $Fr = -Ktr + F_R$ Fr, charge en fin de rupture fragile

dFi = F_R - Fi = Kti soit Va la vitesse moyenne de propagation de la fissure dans la zone fragile, nous avons Va = $\frac{dA}{tr}$

que nous pouvons écrire : $Va = \frac{hdF}{F_R e_A tr}$

 $dF = F_R - Fr = Ktr$ $F_{R} = K(tr + c)$ c, temps théorique que la charge mettrait pour passer de Fr à F_R

soit :

$$\frac{dF}{F_R} = \frac{tr}{tr+c}$$
soit : $Va = \frac{h}{e_A(tr+c)}$
d'autre part nous avons $Va = \frac{ai}{ti} = \frac{h}{e_A(tr+c)}$ soit $ti = \frac{aie_A(tr+c)}{h}$
et: $Fi = F_R(1 - \frac{ti}{tr+c})$

$$Fi = F_R(1 - \underline{ai e_A})$$

IV-I Déplacement du marteau pendant le choc

La distance parcourue par le marteau à partir du moment où il entre en contact avec l'échantillon est donnée par : di = da + ai

- da ,distance parcourue avant l'amorçage de la rupture fragile
- ai , distance parcourue pendant la propagation de la rupture fragile

di = da + Vpti

en explicitant ti = $\frac{e_A \operatorname{ai}(tr+c)}{h}$ = 1,25 $e_A \operatorname{ai}(tr+c)$

Vp =vitesse du marteau pendant la rupture fragile. SOIT: di = a + 1,25e ai Vp(tr+c) <u>IV- II Calcul approché de la force d'extension de fissure</u> A partir de l'équation générale d'IRWIN :

-25-

$$G = \frac{1}{2} \operatorname{Fi}^2 \frac{\mathrm{dC}(a)}{\mathrm{da}} \mathrm{da}$$

nous expliciterons la fonction de compliance

or nous avons
$$\frac{di}{Fi} = \frac{a + 1,25e_A \text{ ai } Vp(tr+c)}{F_R (1 - e_A \text{ ai})} = \frac{c1 + c2ai}{1 - c3ai}$$

$$\frac{d}{da} \frac{di}{Fi}_{i} = \frac{c2 + c1c3}{(1 - c3ai)^2}$$

où c1-c2-c3 sont des constantes caractéristiques de chaque osci-11ogramme.

 $\frac{d}{di}$ $\left(\frac{di}{di}\right)$ dérivé par rapport à ai de di/Fi

La compliance apparait comme une fonction de la longueur instantanée de la fissure ai.

A partir des résultats ci-dessus nous pouvons exprimer G :

$$Gc = \frac{1}{2} F_{R} (1,25e_{A}Vp(tr+c) + 1,25e_{A}da)$$

$$Gc = 0,625e_{A}F_{R}(da + Vp(tr+c))$$

Gc correspond à la force d'extension de fissure à laquelle commence l'autopropagation.

tr + c étant trés petit le terme Vp(tr+c) le sera également (la propagation de la rupture fragile est beaucoup plus rapide que l'avancement du marteau).Le terme a sera beaucoup plus grand que le terme Vp(tr+c) et nous pourrons négliger celui-ci. Nous avons alors :

$$Gc = 0,625e_{A}F_{R}da$$

<u>IV-III Déplacement du marteau en fonction du temps jusqu'à rupture fragile et de l'énergie absorbée</u>

Si nous exprimons**du** en fonction de ta (temps à l'amorçage de la rupture fragile) nous pouvons écrire :

d a = Vm ta où Vm est la vitesse moyenne du marteau Vo vitesse initiale du marteau Vf vitesse finale du marteau Eap énergie applquée au marteau Eab énergie absorbée par le choc

m masse du marteau
Eap =
$$1/2 \text{ mVo}^2$$

Eap $-E_{ab} = 1/2 \text{ mVf}^2$

$$V_{0} = \sqrt{\frac{2Eap}{m}}$$

$$V_{f} = \sqrt{\frac{2(Eap-Eab)}{m}}$$

$$m = \frac{2Eap}{Vo^{2}}$$

$$V_{m} = V_{0} (1 + \sqrt{Eap-Eab})$$

La figure 28 nous donne Vm en fonction de Eab

Eap

A partir des valeurs ainsi obtenues nous avons tracé la courbe : da = Vm tafigure 29.

Nous avons également tracé la courbe : $e_A = f(cristallinité)$ figure 30 . Iv-IV Calcul de Gc

Nous avons vu précédemment que $Gc = 0,625e_{A}F_{B}da$ e, et a sont donnés à partir des courbes des figures 29 et 30;il reste alors à mesurer F_{R} sur les oscillogrammes. En reportant ces valeurs dans l'équation de Gc, nous ob-

tenons facilement celui-ci.

-26-



Figure 26

BUS

36



Analyse des courbes Force Temps









BUS

V- MESURE DE GC PAR LA METHODE DU CRACK OPENING DISPLACEMENT (C.O.D)

Le terme anglo-saxon C.O.D que l'on peut traduire par écartement de fissure et que l'on symbolise par § exprime la distance dont s'écartent les faces d'une fissure, qui atteint une valeur critique lorsque la rupture a lieu réf 22) Cette valeur critique est une propriété fondamentale de l'acier qui dépend de l'épaisseur, de la température et de la vitesse de déformation.

Une analyse théorique faite par DUGDALE, BURDEKIN et STONE (réf 23) aboutit à la relation entre la ténacité et le C.O.D.

 $Gc = \nabla y \delta$

où **v** représente la contrainte à la limite élastique.

A l'aide d'éprouvettes Charpy V et de barreaux de même dimensions finement entaillés (entaille de 0,3mm de large et de 2 mm de long) G.PLUVINAGE et F.MONTARIOL (réf 24) ont précisé dans le cas de ces éprouvettes les relations :C.O.D-angle de flexion etC.O.Dflèche.Ces relations permettent d'accéder à c.

V-I Relation entr le C.O.D et l'angle de flexion

Expérimentalement nous obtenons une équation de la forme: $\delta = h\Theta$

m = constante

 Θ = angle de flexion

voir figure 31.

V-II Relation entre le C.O.D et la flèche

La relation obtenue est de la forme :

 $\delta = 0,4dSf$

21

d = épaisseur sous entaille

Sf = flèche

21 = intervalle entre les appuis.

Cette relation n'est valable que pour les valeurs de C.O.D inférieures à 0,5 mm.

voir figure 32.

V-III Mesure de c dans les éssais dynamiques

Nous avons deux possibilités: mesure du C.O.D d'éssai dynamique par utilisation des éprouvettes double entaille .La valeur du C.O.D est obtenue par mesure de l'ouverture de l'entaille non rompue (réf 25) ou par utilisation des relations entre le temps à la rupture fragile et le C.O.D, la vitesse de passage du pendule, le temps à la rupture fragile permettent de calculer la distance parcourue, donc la flèche ou l'angle de flexion.Par l'intermédiaire des relations angle de flexion-C.O.D ou flèche-C.O.D obtenues par étal onnage, on obtient la relation entre le temps à la rupture fragile et le C.O.D.

La concordance entre les deux types de mesures est bonne, mais nous retiendrons la deuxième pour notre calcul.

Nousavons tracé la courbe C.O.D-temps à la rupture fragile (figure 33),cette courbe ne passe pas par l'origine à cause de la composante élastique du C.O.D qui n'est pas prise en compte(réf 26)

Nous avons calculé Gc par la méthode d'IRWIN et nous nous bornerons à indiquer les valeurs du C.O.D.

-27-





D RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous avons vu précédemment que nous avons trois séries d'éprouvettes, une série d'éprouvettes long et deux séries d'éprouvettes travers.Nous ne reviendrons plus sur le prélévement des éprouvettes qui a déjà été détaillé.

Pour ne pas surcharger notre mémoire, nous donnerons uniquement la synthèse des résultats obtenus. En effet, nous ne reproduiront pas les enregistrements à l'oscilloscope, ni les courbes de transition de résilience et de cristallinité, de même nous ne reproduiront pas tous les tableaux relatifs au calcul de Gc.

Nous avons pris comme température de transition de résilience la température du demi saut de résilience.La température de transition de cristallinité étant celle où le faciés de rupture présente 50% d'aspect fragile et 50% d'aspect ductile.

Les variations, de ces paramètres et de ceux obtenus à l'aide de l'enregistrement des courbes éffort-temps, ont été représentées en fonction de la teneur en inclusion (c'est à dire en fonction de la teneur en sulfure et de la teneur en aluminate).

Nous avons retenu comme valeurs principales à partir du dépouillement des courbes éffort- temps:

- la limite élastique

- la charge à la rupture fragile $F_{R_{-}}$

- le temps jusqu'à la rupture fragîle

- la cristallinité par mesure de la chute de charge rapportée la charge à la rupture fragile
 - C = chute de charge

charge à la rupture fragile

A partir de ces mesures, nous avons pu déterminer et suivre les valeurs de Gc et du C.O.D.

Gc = Crack extension force = Force d'extension de fissure

C.O.D = Crack opening displacement = Ecartement critique

de fissure

I RESULTATS EXPERIMENTAUX

I-I Résultats communs aux éprouvettes long et aux éprouvettes travers Avant d'aborder l'examen détaillé des résultats, nous men-

tionnerons les résultats communs aux diverses séries.

Nous n'avons pas obtenu de variation sur les niveaux des paliers de résilience, et sur les niveaux de la charge maximale et de la limite élastique dans le domaine de variation de notre teneur en inclusion.Ceci doit vraisemblablement résulter, d'une part de la faible variation de notre teneur en inclusion et d'autre part de la dispersion des résultats.

Nous ne reviendrons pas sur ces résultats par la suite, mais nous nous attarderons aux valeurs suivantes:

-temps à la rupture fragile

- Gc

- C.O.D

- température de transition de résilience et de cristallinité

Nous étudierons succèssivement les éprouvettes long puis les éprouvettes travers.Conformément à la régle générale des niveaux de résilience à l'état ductile, le niveau de résilience à l'état ductile des éprouvettes travers d'est sensiblement égal à la moitié du niveau de résilience à l'état ductile des éprouvettes long; ce même niveau présente une diminution de 30% environ pour les éprouvettes travers & par rapport aux éprouvettes travers . **II- EPROUVETTES LONG**

L'analyse des courbes nous permet de noter une diminution de la température de transition de résilience pour une teneur en aluminate croissante et inversement une augmentation de celle-ci pour une teneur en sulfure croissante.Le niveau de résilience restant le même à chaque fois (figure 34).

Explicitons le fait que la température de transition augmente : la courbe résilience-température se trouve déplacée vers la droite, ce qui implique que pour une température de transition plus élevée à température égale (dans la zone de transition) la résilience sera plus basse.

De même quand la température de transition de résilience diminue, la courbe résilience - température se trouve déplacéevers la gauche, donc à température égale dans le domaine de transition, la résilience sera plus élevée.

La température de transition de cristallinité est moins sensible aux variations de la teneur en inclusion mais varie dans le même sens que la température de transition de résilience, figure 35, c'est à dire une augmentation de celle-ci pour une teneur en sulfure croissante et un palier plutot q'une diminution de celle-ci pour une teneur en aluminate croissante.

Comme pour les températures de transition de résilience une augmentation de la température de transition de cristallinité indique un déplacement vers la droite de la courbe température-cristallinité, mais cette fois-ci à température égale (dans la zone de transition) la courbe ayant la température de transition de cristallinité la plus élevée donnera des fractures plus cristallines que celle ayant la température de transition de cristallinité la plus basse.

Ces résultats concordent bien, en effet, si une nuance présente à une température donnée un niveau de résilience plus élevée, elle présentera à cette même température, un niveau de cristallinité plus faible, alors qu'une autre nuance à niveau de résilience plus faible aura vraisemblablement un niveau de cristallinité plus élevé;

Le temps jusqu'à rupture fragile croît pour une teneur en aluminate croissante et décroit pour une teneur en sulfure croissante (figure 35 di Les variations sont sensibles dans la zone de transition, à basses températures et à haute température (sur les paliers bas et haut de la courbe de transition de résilience) il n'y a pas de varia tions notables du temps jusqu'à rupture fragile.

Physiquement le fait que le temps jusqu'à rupture fragile croît indique que la propagation fragile sera plus difficile à obtenir, en effet il faudra une déformation plus importante pour obtenir cette propagation fragile.

GE varie dans le même sens que le temps jusqu'à rupture fragile.Il suffit de se reporter à l'équation écrite au chapitre précedent pour le prévoir.

En effet : $Gc = 0,625 F_R da$ (figure 36) da est directement lié à la fléche de l'éprouvette, elle même reliée directement au temps jusqu'à la rupture fragile (figure 29).Le C.O.D étant lui aussi directement relié au temps jusqu'à rupture fragile variera dans le même sens que celui-ci;(figure 36 bis).

Nous discuterons de l'ensemble de ces résultats après avoir présenté ceux relatifs aux éprouvettes travers.

III EPROUVETTES TRAVERS

Nous rappelerons que nous avons deux sortes d'éprouvettes travers :

-Les éprouvettes avec les fibres parallèlessà l'entaille; Travers \triangleleft .

-Les éprouvettes avec les fibres perpendiculaires à l'entaille;Travers **B**.

Nous avons comme pour les éprouvettes long, analysé les résultats suivants :

-Transition de cristalligité

-Temps jusqu'à ruture fragile

-Mesure de Gc

-Mesure du C.O.D

<u>III 1 Eprouvettes travers</u> fibres parallèles à l'entaille(\triangleleft)

Nous constatons que la température de transition de cristallinité décroit quand la teneur en sulfure croit (figure 35) et croît trés légérement quand la teneur en aluminate croît.Nous faisons la même remarque que précédemment, à savoir que si la température de transition de cristallinité décroit ceci implique qu'à température égale l'éprouvettescontenant le plus de sulfures sera moins cristalline c'est à dire qu'elle présentera un aspect ductile plus important.

Le temps jusqu'à rupture fragile croît pour une teneur en sulfure croissante et ce inversement aux éprouvettes long.La teneur en aluminate reste sans influence notable sur le temps jusqu'à rupture fragile (figure 37).Le fait que le temps jusqu'à rupture fragile croît pour une teneur en sulfure croissante indique que l'échantillon présente une plus grande résistance à l'amorçage de la rupture fragile et conserve une certaine ductilité à des températures plus basses.

La tenacité et l'écartement critique de fissure varient toujours dans le même sens que le temps jusqu'à rupture fragile c'est à dire qu'ils croissent pour une teneur en sulfure croissante, (figure 38 et 38 bis).

III 2 Eprouvettes travers fibres perpendiculaires à l'entaille (β) Nous observons cette fois-ci des variations inverses à celles obtenues pour les éprouvettes travers d, mais sensiblement identiques à celles obtenues avec les éprouvettes long (figure 37

et 38). Nous avons cette fois-ci une légère diminution du temps jusqu'à rupture fragile pour une teneur en sulfure croissante et une augmentation de celui-ci pour une teneur en aluminate croissante.La température de transition de cristallinité est peu influencée par les variations de la teneur en sulfure et les variations de la teneur en aluminate (dans notre domaine de variation de la teneur en inclusions).

Comme précedemment la tenacité et l'écartement critique de fissure varie dans le même sens que le temps jusqu'à rupture fragile (figure 38 et 38 bis).

IV REMARQUE

Nous avons vu lors de l'étude de la composition de la billette que la teneur en carbone variait entre 0,38% et 0,42%. Il est donc apparu nécéssaire de controller que les variations de la teneur en carbone ne modifiait pas la validité de nos résultats.Pour ce faire nous avons tracé les courbes :

-Température de transition de résilience

-Temps jusqu'à rupture fragile

en fonction de la teneur en carbone et ce pour nos différents types d'éprouvettes;(figure 39).

Nous remarquons sur les courbes obtenues qu'il n'y a aucune corrélation apparente entre la teneur en carbone et les dif-<u>férents paramètres étudiés.Nous pouvons alors admettre que la te-</u> neur en carbone (entre 0,38% et 0,42%) n'est pas en relation directe avec ces paramètres.

-30-

0,7 Teneur en sulfure Long s Ъ Ô × ٦ 0,6 ↑ Temperature 0,5 TRANSITION DE RESILIENCE 00 °C 40 °C 80 °C Teneur en aluminate Long C 0,65 0 X 0,60 0,55 A Temperature 0,50 BUS 80°C 60°C 40°C

09 Teneur en sulfure Long đ. প đ × ٠ 0,7 Temperature 0,5 × **00 °C** 80 °C 70 °C 0,60 0,65 Teneur en aluminate Long 0 ช × ٥ × 0,55 0,50 ATemperature 00 °C BUS 80 °C 70°C

TRANSITION DE CRISTALLINITE

EPROUVETTES LONG

.

٠





EPROUVETTES LONG

EPROUVETTES LONG










E ETUDE EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

ETUDE DES FACIES DE RUPTURE Ι

A partir des études faites à l'IRSID par J.PLATEAU et B. HENRY, sur les faciés de rupture fragile et de rupture ductile (Réf. 27)et principalement sur l'influence des particules de seconde phase sur ces faciés, nous interpréterons nos microfractographies. I-1 Les faciés de rupture ductile

Les faciés de rupture ductile sont liés à la présence dans les métaux de précipités ou d'inclusions. Au cours de la déformation plastique, il se forme au niveau de ces particules des microcavités qui donnent naissance à des trous.Ces trous s'allongent dans le sens de la déformation puis se réunissent par striction interne.

La formation des surfaces de rupture de faciés ductile peut être analysée en trois phases qui se succèdent au cours de la déformation du métal conduisant à la rupture.

-Phase I Formation des fissures.

-Phase II Formation de trous trés allongés dans le sens de la déformation.

-Phase III Coalescence des trous conduisant à la rupture. Avant de détailler ces trois stades, nous rappelerons:

1°-Que les ruptures de faciés ductile peuvent se produire dans presque tous les métaux (sauf s'ils sont très purs) quelque soit leur sysme cristallin, alors que les ruptures par clivage ne s'observent pas dans les métaux du système cubique à faces centrées.

- 2°-Que la distinction entre les ruptures ductiles et les ruptures fragiles d'après leurs facies n'est pas identique à celle que l'on peut faire d'aprés la mesure d'un paramètre de ductilité. Il convient de remarquer pourtant que pour un même métal, si la variation d'un paramètre expérimental (température, triaxialité des contraintes, vitesse de mise en charge) modifie le facies de rupture, le passage de la rupture de faciés ductile à la rupture par clivage s'accompagne dans tous les cas d'une diminution (plus ou moins marquée) de la ductilité macroscopique.
- I-1-1 Phase I

L'examen de coupes d'éprouvettes déformées permet de voir les fissures qui se forment au niveau des particules, soit par rupture de celles-ci, soit par décohésion de leur interface de la matrice. I-1-2 Phase II

Les trous allongés dans le sens de la déformation peuvent être observés sur des coupes micrographiques de métal déformé et en microscopie électronique sur des lames minces.La formation et l'allongement des trous sont suivis sur des éprouvettes de traction plane, polies avant l'éssai et observées au microscope au cours même de la déformation.

<u>I-1-3 Phase III</u> La coalescence des trous qui conduit à la rupture peut être observée sur des coupes micrographiques.

En microscopie électronique, l'observation est plus spectaculaire, on voit les cupules résultant de la coalescence des trous avec, au fond de certaines d'entre elles ,les particules ou inclusions qui leur ont donné naissance.

Divers aspects peuvent être observés suivant les conditions géométriques de la déformation et l'orientation relative des contraintes par rapport à la surface de rupture, les différents cas sont les suivants :

> -1.La rupture est normale à la direction de la contrainte maximale de tension; les cupules sont équiaxes.

-2.La rupture se fait par glissement localisé suivant une surface inclinée par rapprot à la contrainte maximale de tension; les cupules sont allongées.

-3.La rupture se fait par déchirement.Les cupules sont allongées, mais l'orientation relative des cupules sur les deux faces de la cassure n'est pas la même que dans le cas précédent.

figure 40 :cas 1-2-3 .

D'autre part, on a constaté que les particules les plus grosses donnent le plus facilement naissance à des fissures.

I-2 Les faciès de rupture par clivage

Les ruptures par clivage surviennent généralement aprés une déformation macroscopique faible du métal, mais peuvent aussi se produire après des allongements importants.

Par rapport à la rupture de faciés ductile, le clivage est favorisé par une diminution de la température, une augmentation de la triaxialité des contraintes et de la vitesse de mise en charge. Les ruptures par clivage empruntent sur l'éssentiel de leurs parcours des plans cristallographiques d'orientation définie. Elles n'ont pas étéobservées dans les métaux cubiques à faces centrées.

La rupture par clivage se propage en s'accompagnant d'une déformation locale importante; la fissure interagit avec les défauts de structure et les hétérogénéités du métal: cela se traduit par la formation de microreliefs d'aspect très caractéristique, dont le plus général est celui de lignes un peu analogues par leur disposition à un réseau de rivières d'où leur nom.

A l'intérieur d'un grain, les plans de clivage parallèles à une direction donnée présentent la même résistance à la décohésion et la rupture peut emprunter des plans légérement distants les uns des autres; la jonction des surfaces clivées est réalisée par ce que l'on appelle "marche"; ces marches peuvent être plus ou moins importantes.

Les rivières convergent et le sens de convergence donne la direction locale de la propagation; cela est dû au fait que la formation de la marche consomme une certaine énergie et par suite entraine un ralentissement de la propagation. Ce retard est d'autant plus important que la hauteur de la marche est plus importante, si bien que les petites rivières ont tendance à se jeter dans les grosses. I-3 Récapitulation

Lors de la description du faciès de rupture ductile, nous venons de voir que les inclusions étaient responsables de la formation de cupules, et que les inclusions ou autres particules de seconde phase sont des éléments de la structure qui modifient les conditions de la rupture par clivage.HENRY et PLATEAU ont constaté que les inclusions pouvaient contribuer de différentes manières à l'amorçage d'un clivage ou en perturber la propagation.En examinant un composite Fer-Alumine ils ont observé à l'aval de l'inclusion une rivière, résultant de la coalescence de rivières élémentaires, qui rencontrait la surface de la particule; ceci peut être un facteur facilitant la propagation de la fissure.Mais la présence d'une interface où la cohésion est faible favorise probablement la relaxation des contraintes au fond de fissure et rend la propagation plus difficile; on observe en effet de nombreuses rivières autour des inclusions et leur trajet est légérement modifié en leur voisinage.Ils ont également observé que le front de fissure subissait un léger retard au passage de l'inclusion.





1





2

3

FACIES DE RUPTURE DUCTILE

II ETUDE EXPERIMENTALE

Nous avons observé les surfaces de rupture d'éprouvettes long et travers et ce à basse et à haute température afin d'étudier le comportement des inclusions dans les différents cas.

Les conditions éxpérimentales ont été les suivantes: -Grossissement 3000

-Réplique au carbone directe avec ombrage au chrome (figure 41)



figure 41

II-1 Rupture à température élevée:rupture ductile

Dans tous les cas nous avons observé une rupture à cupules. La forme de ces cupules dépend de l'inclusion.Les cupules,qu'elles soient allongées ou non, sont toujours équiaxes, la contrainte principale étant sensiblement normale à la direction de la rupture.

La figure 41 a et b montre des cupules qui ont pris naissance sur des inclusions de sulfure.Les photos ont été prises sur des éprouvettes travers d', les cupules sont donc allongées parallélement au front de fissure.La figure 41 c et d montre des cupules qui ont pris naissance sur des inclusions d'aluminate, ceux-ci ne se déformant pas donneront des cupules sensiblement sphériques.

Alors que nous n'avons jamais pu observer d'inclusion de sulfure,il semble que les inclusions d'aluminate restent solidaires de la matrice et se retrouvent sur l'une des deux faces de la fracture.

II-2 Rupture à basse température:rupture par clivage

A basse température la rupture se fait éssentiellement par clivage, et comme nous l'avons vu précédemment, les ruptures par clivage sont des ruptures transcristallines qui empruntent sur l'éssentiel de leur parcours un plan cristallographique d'orientation définie.

Les photos prises en microscopie électronique montrent bien que l'on a une surface de rupture plane recouverte d'un faisceau de lignes un peu analogue à un réseau hydrographique(figure 4 a).A l'intérieur d'un grain,les contraintes varient de façon continue et les plans de clivage paralléles à une direction donnée présentent la même résistance à la décohésion.On conçoit donc qu'en des régions voisines la rupture puisse emprunter des plans légérement distants les uns des autres, donnant sur la microfractographie deux zones planes séparées par une marche (figure 4 b).On voit trés bien sur la figure 4 (a et b) l'ensemble des rivières et en remontant ces rivières on peut retrouver le ou les points d'amorçage de la rupture.

On remarque sur nos microfractographies faites à basses tempéraure des persistances de zone ductile, la figure 42 c montre l'apparition d'une cupule associée à une inclusion d'alumine au sein d'une zone fragile.La figure 42 d montre une zone pseudo-fragile autour d' une inclusion de sulfure et il est vraisemblable **qu'il** y a rupture



A



В



Figure 42

С



A



В



III INTERPRETATION DES RESULTATS

III-I Facteur de forme et cohésion matrice-inclusion

Le facteur de forme et la cohésion matrice-inclusion sont deux facteurs importants qui conditionnent l'effet des inclusions sur les propriétés de résilience.

EDMONDS et BEEVERS (Réf. 28) ont, par photo élasticité, étudié la répartition des contraintes autour d'une inclusion en fonction de sa forme et de son module d'élasticité, figure 44.

Les inclusions d'aluminate, trés dures, se déforment pratiquement pas et restent sensiblement sphériques.Elles se présentent toujours de la même façon vis-à-vis du front de fissure, elles provoquent une concentration de contraintes relativement faible , moins importante que celle obtenue avec les sulfures.PICKERING (Réf.29) et THOMASON (Réf 30) signalent que la cohésion matrice-inclusion a une grande influence sur le comportement des inclusions.Les inclusions présentant une bonne cohésion avec la matrice seront moins néfastes que celles dont les liens matriceinclusion sont rompus.Ces auteurs mentionnent la bonne cohésion entre les inclusions d'aluminate et la matrice; nous avons vu lors de l'étude enmicroscopie électronique que les inclusions d'aluminate restaient solidaires de la matrice pendant la rupture.

Si on se reporte aux résultats obtenus précedemment, on s'aperçoit que, pour les éprouvettes long, le temps jusqu'à rupture fragile croit pour une teneur en aluminate croissante. Les aluminates auraient donc un effet ductilisant en augmentant la proportion de rupture ductile et retardant l'apparition de la rupture fragile. Notons que le comportement de fines inclusions d'aluminate serait différent dans les phénomène de fatigue et de corrosion.

Dans les éprouvettes travers, la teneur en aluminate est sans influence notable sur les paramètres étudiés.

Les inclusions de sulfure,plus malléables,ont été déformées durant le laminage et ont pris la forme d'éllipsoide allongé.Les inclusions de sulfure peuvent alors se présenter de trois façon vis-à-vis du front de fissure:

-perpendiculaire au front de fissure, éprouvettes long, figure 46 a.

-dans le plan du front de fissure, grand axe parallèle au front de fissure, éprouvette travers & , figure 46 b. -dans le plan du front de fissure, petit axe parallèle au front

de fissure, éprouvettes travers Ø, figure 46 c.

Pour les éprouvettes long, figure 44 et 45 courbe b, nous avons un maximun de la contrainte de cisaillement et un maximun de la contrainte maximale principale aux extrémités de l'inclusion de sulfure allongée. La cohésion inclusion de sulfure-matrice est faible et nous observons toujours une décohesion de l'inclusion de sulfure durant la rupture. Cette faible cohésion matrice-inclusion accentue l'effet néfaste des inclusions de sulfure.Nous observons pour les éprouvettes long une augmnetation de la température de transition de résilience et une diminution du temps jusqu'à rupture fragile pour une teneur en sulfure croissante.

Pour les éprouvettes travers, figure 45, nous avons la contrainte maximale principale qui est plus faible pour les éprouvettes travers que pour les éprouvettes travers .Le niveau global de résilience diminue dans le sens: éprouvettes long-éprouvettes travers .en éprouvette travers , le temps moyen jusqu'à rupture fragile varie dans le même sens. On peut dire qu'une inclusion se présentant extrémité face au front de fissure engendrera des contraintes importantes à son extrémité qui s'additionneront à la concentration de contrainte en fond de fissure et de ce fait opposera une moins grande résistance à la propagation de la fissure et se trouvera plus rapidement dans un état critique de contrainte. Une inclusion parallèle au front de fissure entrainera une relaxation des contraintes en son voisinage et de ce fait opposera une plus grande résistance a la propagation de la fissure et atteindra moins rapidement son état critique de contrainte.

D'autres travaux ont été faits sur le comportement des inclusions lors des phénomènes de rupture, tous mettent en évidence l'influence du facteur de forme pour les inclusions de sulfure et l'importance de la cohésion matrice-inclusion.

III.2 Taille critique de défaut.

A l'aide des travaux de COTTRELL (Réf. 31, nous pouvons définir la taille critique de défaut.

Il a comparé les propriétés de deux aciers de même composition et de même teneur en oxygène : 100 ppm ; dont l'un avait une faible teneur de grosses inclusions et l'autre une forte teneur de petites inclusions. Le premier acier présentait des propriétés désastreuses, le second de bonnes propriétés. Il en a déduit qu'il devait exister une taille critique au dessus de laquelle quelque soit leur composition, les inclusions sont dangereuses ; celles-ci sont appelées : macroinclusions ; les autres, de taille inférieure à celle de taille critique sont appelées : microinclusions et peuvent être bénéfiques. Cette taille critique de défaut étant liée à la température et à l'état de contrainte du matériaux.

Si l'on assimile l'action des inclusions à celles des fissures, les méthodes utilisées pour la prévision des ruptures fragiles peuvent être appliquées. Les résultats obtenus sum des aciers à haute résistance sont en bon accord avec la réalité. Par contre, les résultats obtenus sur des aciers doux sont en désaccord avec la réalité, et il n'existe pas encore de méthode valable pour déterminer la taille critique de défaut sur les aciers doux par les méthodes classiques de mécanique de la rupture.

Actuellement, des études sont faites par G. PLUVINAGE pour calculer la taille critique de défaut à parti de l'écartement critique de fissure.

Nous pouvons, cependant dire qu'il vraisemblable que nos inclusions d'aluminate sont de taille inférieure à cette taille critique. Par contre, le grand axe des inclusions de sulfure est en moyenne très supérieur au diamètre moyen des inclusions d'aluminate. Deplus, nous avons vu que la concentration de contraintes aux extrémités des inclusions de sulfure peut être importante pour mettre l'accier dans les conditions critiques d'amorçage de rupture fragile.



B Figure 46



С



- P Contrainte maximale principale
- T Contrainte normale appliquée



IV CONCLUSION

A l'issue de cette étude sur le comportement des inclusions durant l'essai de Résilience, nous pouvons résumercomme suit l'ensemble des résultats, sur l'accier XC38 que nous avons étudié.

Le niveau global des inclusions, aluminate et sulfure est relativement bas, les inclusions d'aluminates sont petites et en dessous de la taille critique définie précédemment.

Le niveau global de Résilience n'est pas affecté par les variations des teneurs en inclusions.

Les aluminates de calcium en retardant l'apparition de la rupture fragile ont un effet ductilisant dans les éprouvettes long. Ils sont sans influence notable dans les éprouvettes travers l'anisotropie du métal masque les effets des inclusions d'aluminate.

Les sulfures de manganése sont néfastes dans les éprourettes long, le temps jusqu'à rupture fragile diminue, et la rupture fragile apparait plus rapidement. Dans les éprouvettes travers le niveau global de résilience est abaissé de moitié pour les éprouvettes fibre paralléle à l'entaille, de soixante dixpour cent dans les éprouvettes travers fibre perpendiculaire à l'entaille, le temps jusqu'à rupture fragile varie dans les mêmes proportions, d'une série à l'autre.

Dans la série travers fibre parallèlé à l'entaille (**q**) le temps jusqu'à rupture fragile croit quand la teneur en sulfure croit la relaxation des contraintes autour de l'inclusion à un effet dúctilisant.

Dans la série travers fibre perpendiculaire à l'entaille (6) le temps jusqu'à rupture fragile décroit quand la teneur en sulfure croit, les effets néfastes du sulfure et de sa position vis à vis du front de fissure s'additionnent et on se trouve dans les plus mauvaises conditions.

Une extension de ces travaux sur des aciers resulfurés permettra de suivre le comportement des inclusions de sulfure,

une étude en miscrocopie électronique devrait permettre de suivre le comportement des inclusions, à l'interface matrice inclusions.

Des mesures sur des éprouvettes comportant des fissures de fatigue très aigues permettront de déterminer l'influence de la distance inter inclusion.

BIBLIOGRAPHIE

I R.FIESSLING. Non-métallic inclusions in steel I.S.I publication Nº II5 2 FORSTER Private communication 3 VONBOGDANDY Archiv. für das eisenhüttenwesen 1963-34-P.235-241 4 HILTY et CRAFT Jour. of métal 1950 fébruary P. 414-425 5 CHIPMAN Trans.AIME 1965,233,P.415 425 6 KOZAKEVITCH Jour. of métal 1967 P;45 49 7 TECHNIQUES DE L'INGENIEUR p.M 220-3 8 TECHNIQUES DE L'INGENIEUR p.M 220-5 9 GAYDOS Jour. of métal 16-P.972 977 IO SIMS et DAHLE Trans.AFA 46 P.65 I32 II PICKERING J.ISI 1958 -189- P.146 159 12 SHEIL et SCHNELL Stahl und eisen 1952 -72- P.683 689 13 MALKENIEZ et RUDNIK J.ISI 1963 -201- P.33 38 14 MALKENIEZ et RUDNIK J.ISI 1966 -204- P.374 376 15 DAHLE Stahl und eisen 1966-869-P.796 817 16 MESMACQUE D.E.A 1969 faculté des sciences de LILLE 17 GRUMBACH Soudage et techniques connexes 1967 Nov. Déc. 18 TERREZA et NUNEZ Rev. Met. CENIM 1966 Nº6 19 ECOLE D'ETE SUR LA RUPTURE 1970 La Colle-sur- Loup 20 FEARNEHOUGH et HOY J.ISI 1964 Nov. P.912 920 21 FEARNEHOUGH U.K.E.A 1963 22 DUGDALE BURDEKIN STONE Jour. of strain analysis 1966 vol.I Nº2 P.I33 I45 23 DUGDALE BURDEKIN STONE Jour. of strain analysis 1966 vol.I Nº2 P.I33 I45 24 PLUVINAGE MONTARIOL Mém. SCient. Rev. MET. 1971 Nº4 P.247 253 25 SABLONNIERE D.E.A 1971 Facuté des sciences de LILLE 26 PLUVINAGE 1971 Rapport interne 27 HENRY PLATEAU. IRSID 28 EDMONDS BEEVERS Jour. mat. scient. 1968-3- N°5 P.457 463 Kyoto international conférence hall 1971 October 25 **29 PICKERING** 30 THOMASON Métal sciences journal 1971 vol 5 P.64 67 3I R. KIESSLING Jernkon. Ann. 1969 -153- P295 302