

1875

1876

N° d'ordre :

1998

50376  
1998  
430-1  
EXCLU  
DU  
PRÊT

**THESE**

présentée à

**L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**

pour obtenir le <sup>grade</sup> titre de

**DOCTEUR EN MECANIQUE**

par

**Olivier CLEIZERGUES**

---

**COMPRÉHENSION ET MODELISATION  
DU COMPORTEMENT A LA RUPTURE  
D'ACIERS POUR TUBES  
LORS DE L'ESSAI BATTELLE**

**Volume 1**

---

**A soutenir le 24 mars 1998 devant la commission d'examen**

**Rapporteurs : Monsieur D. FRANCOIS, Professeur, E. C. P.**

**Monsieur J. HOUDIN, Professeur, UVHC**

**Examineurs : Madame S. DEGALLAIX, Professeur EC LILLE, Directeur de thèse**

**Monsieur J. Y. DAUPHIN, Maître de conférences, EC LILLE**

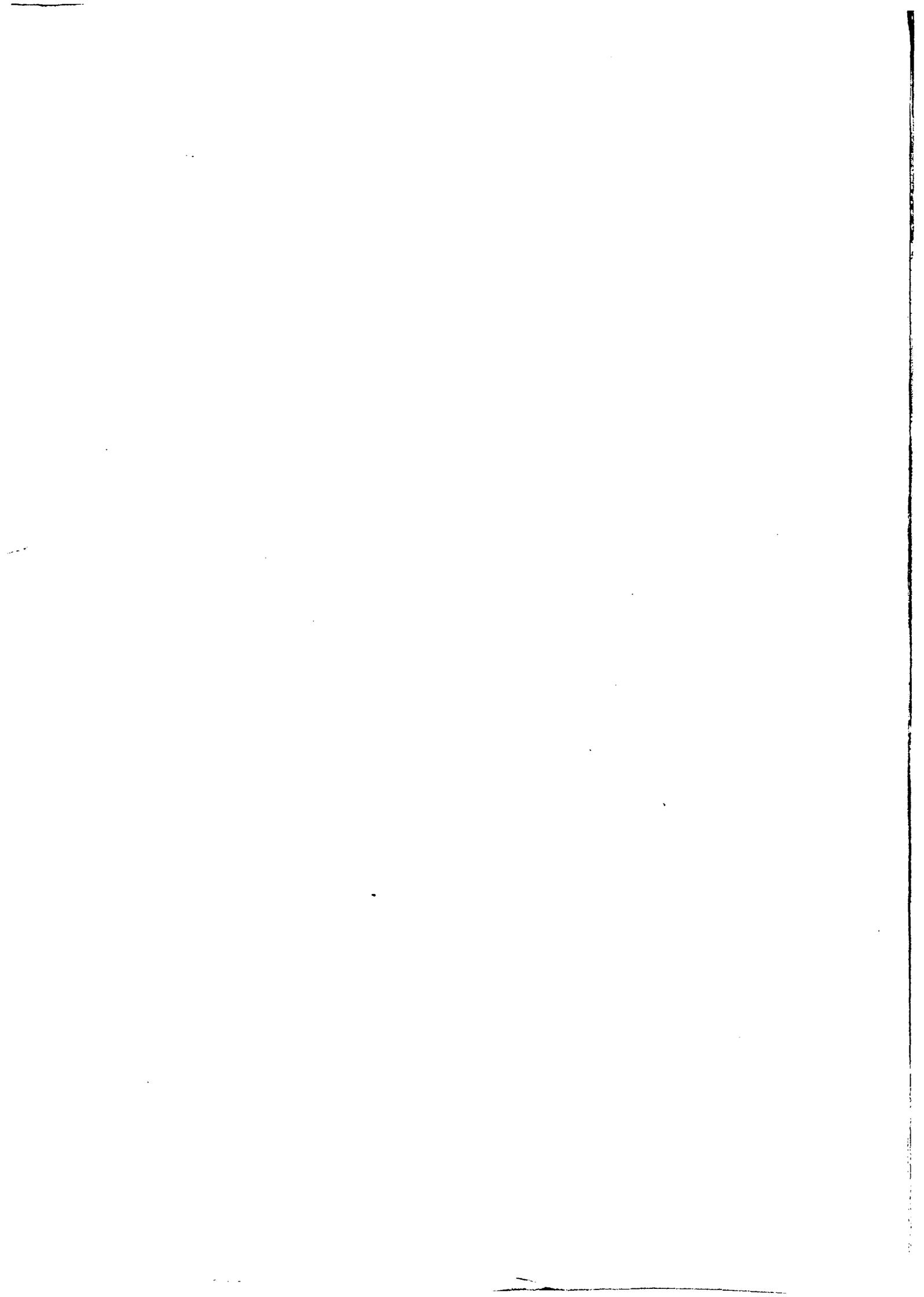
**Monsieur M. DI FANT, SOLLAC Florange**

**Monsieur J. P. JANSEN, EUROPIPE-France**

**Monsieur G. MESMACQUE, Professeur, Université Lille I**

**Monsieur C. PERDRIX, CRDM SOLLAC Dunkerque**

**Ecole Centrale de Lille  
Laboratoire de Mécanique de Lille  
URA CNRS 1441**



N° d'ordre :

1998

**THESE**  
présentée à

Exclu  
du  
Prêt

**L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR EN MECANIQUE**

par

**Olivier CLEIZERGUES**



---

**COMPRÉHENSION ET MODELISATION  
DU COMPORTEMENT A LA RUPTURE  
D'ACIERS POUR TUBES  
LORS DE L'ESSAI BATTELLE**

**Volume 1**

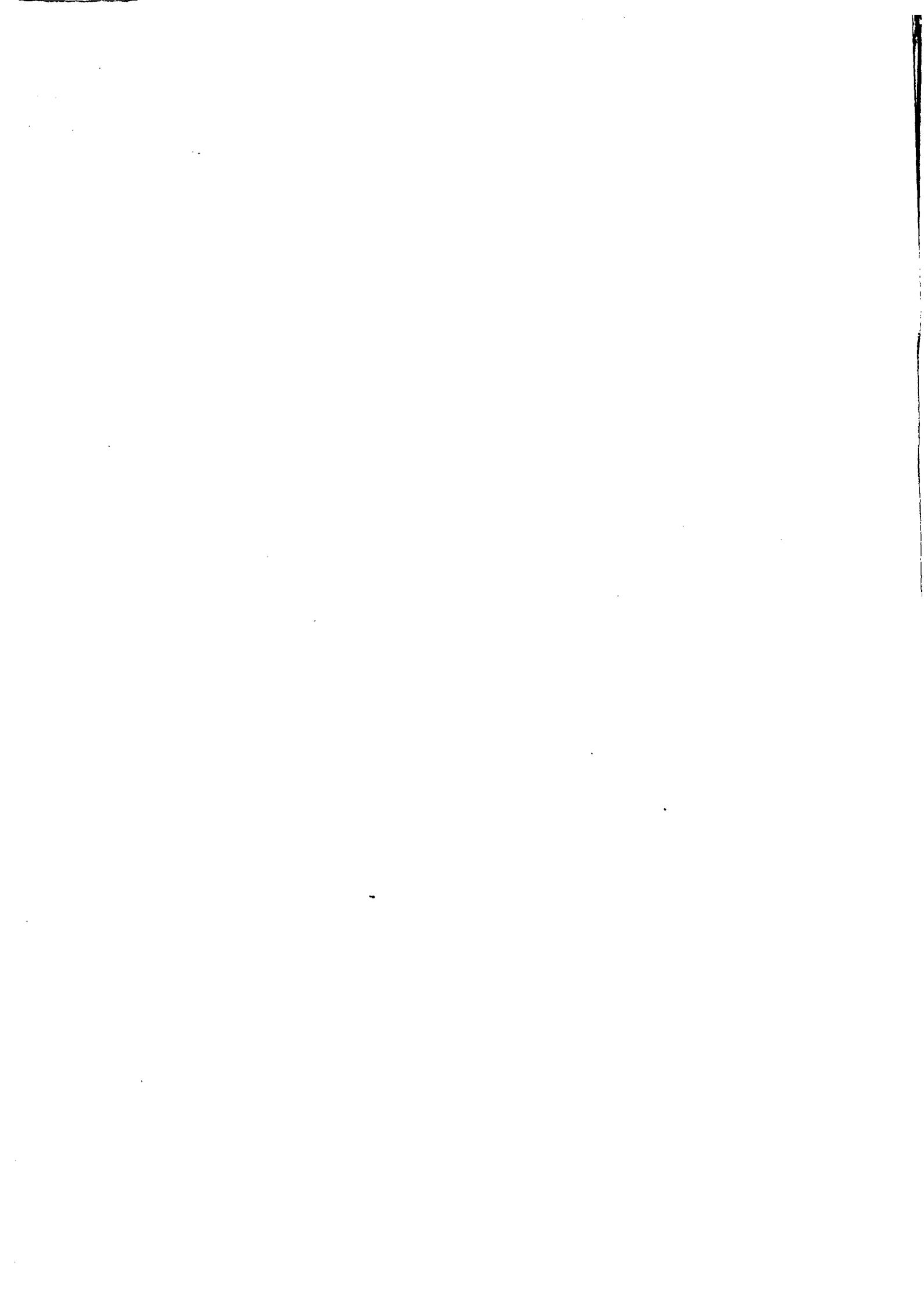
---

**A soutenir le 24 mars 1998 devant la commission d'examen**

**Rapporteurs : Monsieur D. FRANCOIS, Professeur, E. C. P.  
Monsieur J. HOUDIN, Professeur, UVHC**

**Examineurs : Madame S. DEGALLAIX, Professeur EC LILLE, Directeur de thèse  
Monsieur J. Y. DAUPHIN, Maître de conférences, EC LILLE  
Monsieur M. DI FANT, SOLLAC Florange  
Monsieur J. P. JANSEN, EUROPIPE-France  
Monsieur G. MESMACQUE, Professeur, Université Lille I  
Monsieur C. PERDRIX, CRDM SOLLAC Dunkerque**

**Ecole Centrale de Lille  
Laboratoire de Mécanique de Lille  
URA CNRS 1441**



# SOMMAIRE DU VOLUME 1

## INTRODUCTION GENERALE

### CHAPITRE I :

<b>1. Introduction .....</b>	<b>I-1</b>
<b>2. La transition entre rupture fragile et rupture ductile .....</b>	<b>I-2</b>
2.1. Phénomène observé.....	I-2
2.2. Méthodes de caractérisation de la transition fragile/ductile .....	I-3
2.2.1. Les essais utilisés.....	I-3
2.2.2. Dépouillement.....	I-3
2.2.3. Relations entre les différents résultats.....	I-4
2.2.4. Exploitation des résultats .....	I-5
2.3. L'essai BDWTT.....	I-6
2.3.1. Eprouvettes.....	I-6
2.3.2. Installation et conditions d'essai.....	I-7
2.3.3. Résultats de l'essai BDWTT .....	I-7
<b>3. Les tubes de conduite de grand diamètre.....</b>	<b>I-8</b>
3.1. Les différents types de tubes.....	I-8
3.2. Conditions de service.....	I-9
3.3. Propriétés mécaniques des aciers utilisés.....	I-10
3.4. Prescriptions relatives à une commande de tubes .....	I-11
3.4.1. Aperçu de la spécification .....	I-11
3.4.2. Spécifications applicables aux essais de ténacité.....	I-13
<b>4. Utilisation de l'essai BDWTT pour caractériser la résistance à l'éclatement d'une conduite .....</b>	<b>I-14</b>
4.1. Plan de contrôle d'amorçage de rupture dans un gazoduc.....	I-14
4.1.1. Principe.....	I-14
4.1.2. Température de transition pour l'amorçage de rupture : FITT .....	I-15
4.1.3. Détermination d'une ténacité minimum .....	I-16
4.1.3.1. <i>Exposé de la méthode</i> .....	I-16
4.1.3.2. <i>Discussion</i> .....	I-18
4.2. Plan de contrôle de propagation de rupture dans un gazoduc.....	I-19

4.2.1. Principe .....	I-19
4.2.2. Température de transition pour la propagation de fissure : FPTT.....	I-19
4.2.3. Equations empiriques d'arrêt de propagation de rupture ductile .....	I-20
4.3. Discussion : Intérêt et limites de l'approche proposée .....	I-21
<b>5. Résumé du chapitre.....</b>	<b>I-22</b>
<b>6. Références bibliographiques du chapitre I.....</b>	<b>I-24</b>
<b>CHAPITRE II :</b>	
<b>1. Introduction .....</b>	<b>II-1</b>
<b>2. Propriétés des aciers étudiés.....</b>	<b>II-1</b>
2.1. Elaboration des tôles .....	II-1
2.1.1. Composition.....	II-1
2.1.2. Conditions de laminage .....	II-2
2.1.2.1. Acier A .....	II-3
2.1.2.2. Acier B .....	II-3
2.2. Microstructures .....	II-3
2.2.1 Acier A.....	II-3
2.2.2 Acier B.....	II-4
2.3. Propriétés mécaniques usuelles.....	II-5
2.3.1. Résultats de traction .....	II-5
2.3.2. Résultats Charpy.....	II-6
2.3.3. Résultats de dureté.....	II-7
<b>3. Installation d'essais BDWTT et conditions expérimentales .....</b>	<b>II-8</b>
3.1. Machine d'essais .....	II-8
3.2. Instrumentation de l'essai BDWTT .....	II-9
3.2.1. Principe .....	II-9
3.2.1.1. Dissipations d'énergie au cours de la rupture de l'éprouvette.....	II-9
3.2.1.2. Expression mathématique de DEC .....	II-10
3.2.2. Effets inertiels.....	II-11
3.2.2.1. Phénomène observé.....	II-11
3.2.2.2. Conséquences sur les mesures de force .....	II-12
3.2.3. Instrumentation utilisée .....	II-13
3.2.4. Estimation de l'erreur de mesure.....	II-13
3.2.4.1. La chaîne de mesure de force .....	II-13
3.2.4.2. La mesure d'énergie par la remontée de la masse .....	II-14
3.2.4.3. Effet des frottements.....	II-15
3.2.5. Application aux résultats expérimentaux.....	II-15
3.2.5.1. Erreur d'offset pour la mesure de $F(t)$ .....	II-15
3.2.5.2. Influence des frottements.....	II-16

3.3. Conditions expérimentales .....	II-17
3.3.1. Mesure de la cristallinité .....	II-17
3.3.1.1. Estimation de la précision de la lecture par l'opérateur .....	II-17
3.3.1.2. Influence de la méthode de mesure imposée par l'API .....	II-17
3.3.1.3. Choix d'une méthode d'évaluation de la cristallinité.....	II-19
3.3.2. Détermination de la température de transition .....	II-19
3.3.3. Choix de l'épaisseur d'éprouvette.....	II-19
<b>4. Résultats des essais BDWTT.....</b>	<b>II-20</b>
4.1. Les courbes force/temps.....	II-20
4.1.1. Allure générale des courbes force/temps.....	II-20
4.1.2. Acier A.....	II-21
4.1.3. Acier B.....	II-21
4.2. Observation des faciès de rupture .....	II-22
4.2.1. Les faciès de rupture usuels.....	II-22
4.2.2. Acier A.....	II-22
4.2.2.1. Observations optiques.....	II-22
4.2.2.2. Microscopie électronique à balayage.....	II-23
4.2.3. Acier B.....	II-24
4.2.3.1. Observations optiques.....	II-24
4.2.3.2. Microscopie électronique à balayage.....	II-24
4.3. Tracé des courbes de transition.....	II-25
4.3.1. Acier A.....	II-25
4.3.2. Acier B.....	II-25
4.4. Comportement particulier de l'acier B .....	II-26
4.4.1. Comportement de l'acier A.....	II-26
4.4.2. Spécificité de l'acier B .....	II-27
<b>Résumé du chapitre II et rappel du problème .....</b>	<b>II-28</b>
<b>Références bibliographiques du chapitre II .....</b>	<b>II-30</b>

## CHAPITRE III : INTERPRETATION ET DISCUSSION

<b>1. Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>2. Consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT .....</b>	<b>1</b>
2.1. Synthèse des résultats .....	III-1
2.1.1. Comportement de transition du premier type.....	III-1
2.1.2. Comportement de transition du second type .....	III-2
2.2. Consommation d'énergie lors de la fissuration ductile .....	III-3
2.2.1. Remarque préalable .....	III-3
2.2.2. Résultats expérimentaux.....	III-3

2.3. Modélisation de la consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT .....	III-5
2.3.1. Modèle proposé .....	III-5
2.3.2. Application aux différents comportements observés .....	III-6
2.3.3. Conclusion .....	III-7
2.4. Application aux matériaux étudiés .....	III-7
2.4.1. Cas de l'acier A .....	III-7
2.4.2. Cas de l'acier B .....	III-8
2.5. Discussion .....	III-9
2.5.1. Rappel du problème industriel .....	III-9
2.5.2. Conséquences du comportement de transition du second type .....	III-9
2.5.2.1 <i>Considérations générales</i> .....	III-9
2.5.2.2 <i>Propriétés d'emploi du matériau B</i> .....	III-10
2.5.3. Intérêt de la mesure d'énergie de rupture pour les essais BDWTT .....	III-10
2.5.5. Poursuite de l'étude .....	III-11
<b>3. La rupture par clivage .....</b>	<b>12</b>
3.1. Les mécanismes .....	III-12
3.2. Modèles mécaniques .....	III-12
3.3. Approche proposée .....	III-13
<b>4. Etude des facteurs mécaniques influant sur la rupture fragile .....</b>	<b>15</b>
4.1. Comportement en traction monotone .....	III-15
4.1.1. Eprouvtes et conditions expérimentales .....	III-15
4.1.2. Essais quasi-statiques .....	III-15
4.1.3. Essais dynamiques .....	III-17
4.2. Contrainte critique de clivage .....	III-18
4.2.1. Eprouvtes et conditions expérimentales .....	III-18
4.2.2. Acier A .....	III-18
4.2.3. Acier B .....	III-18
4.3. Effet de l'entaille pressée .....	III-20
4.3.1. Description de l'opération d'entaillage .....	III-20
4.3.2. Mécanisme d'entaillage .....	III-20
4.3.3. Etude expérimentale .....	III-21
4.3.4. Simulation numérique .....	III-21
4.3.5. Conséquences sur les résultats des essais BDWTT .....	III-21
4.3.5.1 <i>Comparaison entre l'entaille pressée et l'entaille usinée</i> .....	III-21
4. <i>Influence de l'entaille pressée sur le type de comportement de transition</i> .....	III-22
4.4. Synthèse .....	III-22
<b>5. Observations en fractographie et micrographie .....</b>	<b>23</b>
5.1. Fractographie au point d'amorçage de la fissure fragile .....	III-23

5.1.1. Matériau A.....	III-23
5.1.2. Matériau B.....	III-24
5.2. Micrographie.....	III-26
5.2.1. Observations sur coupes polies.....	III-26
5.2.2. Mesures de taille de grain ferritique .....	III-27
5.2.2.1 <i>Objet et méthode</i> .....	III-27
5.2.2.2 <i>Matériau A</i> .....	III-27
5.2.2.3 <i>Matériau B</i> .....	III-28
5.3. Mécanismes.....	III-30
<b>6. Résumé du chapitre et mécanisme proposé.....</b>	<b>III-31</b>
<b>7. Bibliographie du chapitre.....</b>	<b>III-34</b>

**CONCLUSION GENERALE**



# **INTRODUCTION GENERALE**



# INTRODUCTION GENERALE

Les produits pétroliers constituent aujourd'hui la première source d'énergie de notre société<sup>1</sup>. Cependant les principaux champs de production tels le Moyen Orient, la Sibérie et l'Alaska sont éloignés des grands centres de consommation, Etats-Unis, Europe et Japon. Des moyens spécifiques de transport à longue distance sont donc nécessaires. Le transport intercontinental est assuré par des navires géants, pétroliers et gaziers. Le transport transcontinental repose sur un réseau de conduites en acier de grand diamètre. L'extension de ce réseau aux liaisons sous marines est actuellement en cours : le gazoduc Maghreb-Europe qui franchit à 400 m de profondeur les 46 kilomètres du détroit de Gibraltar a été inauguré le 9 décembre 1996 [ALV96].

La production des tubes de conduite représente à elle seule 10 à 15 % du marché mondial de l'acier. Il s'agit donc d'un débouché majeur pour l'industrie sidérurgique, qui justifie le développement de familles d'aciers spécifiques. Les aciers pour tubes de conduite doivent combiner quatre propriétés parfois antinomiques :

- une haute limite d'élasticité, les tubes étant soumis à des pressions de service sévères,
- une bonne ténacité, notamment pour les conduites posées dans les régions arctiques,
- une bonne soudabilité qui impose de réduire au maximum les éléments d'addition,
- un coût modéré compte tenu des tonnages mis en œuvre.

Le contrôle et l'affinement de la microstructure des aciers pour tubes permettent de concilier ces impératifs, en évitant l'emploi d'éléments d'alliage coûteux. Les compositions les plus utilisés sont des nuances à bas carbone, alliées au manganèse et microalliées au niobium et vanadium. La maîtrise de la microstructure est obtenue en imposant au cours du laminage un trajet thermomécanique précis. Le laminage de tels aciers n'est donc pas une simple opération de mise en forme, mais un traitement thermomécanique. On parle alors de laminage contrôlé. Développer de nouveaux

---

<sup>1</sup> La consommation mondiale d'énergie représente 8380 millions de tonnes d'équivalent pétrole. La répartition en termes de sources d'énergie est de 40 % pour le pétrole, 27 % pour le charbon, 23 % pour le gaz naturel, 7 % pour l'énergie nucléaire, 3 % pour l'énergie électrique [POL97].

aciers consiste donc à expérimenter de nouvelles stratégies de laminage, c'est à dire de nouvelles combinaisons entre trajet thermique et histoire mécanique.

Des normes et essais spécifiques sont utilisés pour mesurer les propriétés des aciers pour tubes. L'essai BDWTT (Battelle Drop Weight Tear Test) est l'un des essais utilisés pour en garantir la ténacité. Cet essai de flexion trois points dynamique sur éprouvette entaillée est similaire dans son principe à l'essai Charpy. Il est utilisé pour quantifier le phénomène de transition fragile-ductile des aciers à bas carbone. En effet, ses résultats, dépouillés en terme de cristallinité du faciès de rupture, sont très bien corrélés au comportement de la conduite en service.

En règle générale, les aciers à bas carbone présentent deux modes de rupture bien distincts. Aux basses températures, la rupture est de type fragile : elle se produit de façon brutale après une très faible déformation et en consommant très peu d'énergie; le faciès de rupture présente alors un aspect "cristallin" caractéristique. Aux températures élevées, la rupture est de type ductile : elle se produit de façon progressive, s'accompagne d'une forte déformation, et consomme une forte énergie; le faciès de rupture est alors d'aspect lisse et "soyeux". Aux températures intermédiaires, on observe une évolution continue d'un mode de rupture vers l'autre : comportement dit de "transition fragile ductile".

Le but de la présente étude est de comprendre les résultats de l'essai BDWTT obtenus pour une famille d'aciers en cours de développement au Centre de Recherches et de Développements Métallurgiques (CRDM) de SOLLAC-Dunkerque.

Pour les aciers étudiés, le phénomène de transition existe toujours mais n'est pas aussi net. En élevant la température, on constate tout d'abord une forte augmentation de l'énergie de rupture, avant que l'aspect du faciès de rupture ne devienne ductile. On observe donc un nouveau type de comportement qui se caractérise par une énergie de rupture élevée, associée à des faciès de rupture d'aspect fragile, deux caractéristiques en apparence contradiction.

Bien que les normes n'imposent pas le dépouillement de l'essai BDWTT en terme d'énergie de rupture, il est important d'étudier les conséquences de cette anomalie de comportement de transition vis à vis des propriétés d'emploi des matériaux étudiés. Le but de cette étude est donc de comprendre cette anomalie, d'en expliquer les causes et définir ses conséquences relativement aux propriétés d'emploi des aciers testés.

Ce mémoire se compose de trois chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique relative à l'intérêt et l'emploi de l'essai BDWTT. Après une description du phénomène de transition fragile-

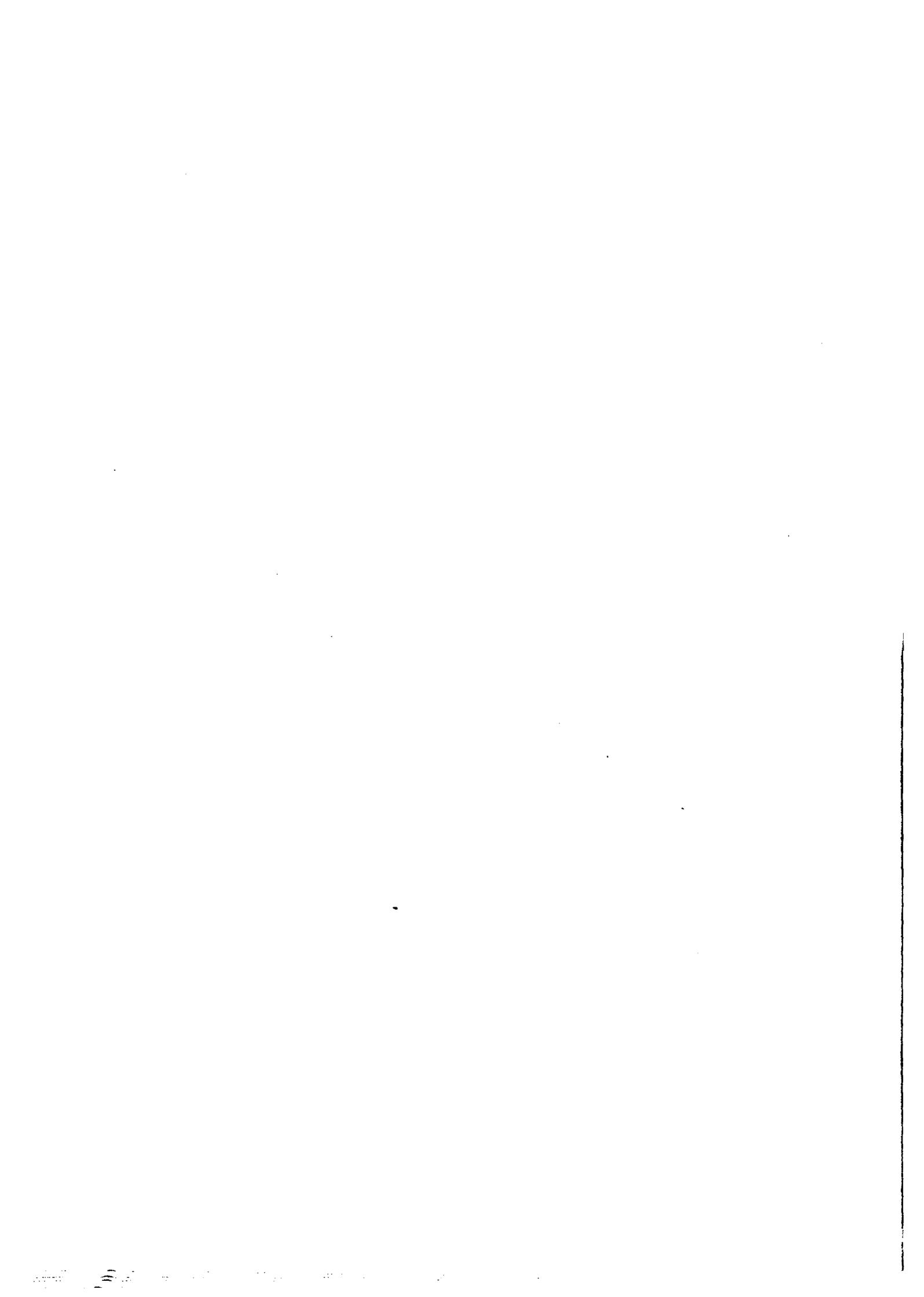
ductile des aciers, les méthodes de contrôle de ténacité des aciers pour tubes de conduite seront présentées. Elles mettent en évidence les raisons du choix de l'essai BDWTT, par les utilisateurs de tubes.

Le second chapitre décrit les aciers étudiés. Le problème est traité suivant une démarche comparative. Deux aciers sont utilisés : le premier présente le comportement de transition usuel, le second présente l'anomalie de comportement de transition. Ces aciers ont été choisis pour la similitude de leurs propriétés mécaniques, mesurées par essais de traction et de résilience, qui résultent cependant de modes d'élaboration et de microstructures différents. Les moyens et méthodes d'essais BDWTT sont décrits et étudiés. Les propriétés BDWTT usuelles (énergie de rupture et cristallinité) des deux aciers sont mesurées et complétées par les résultats de l'instrumentation de l'essai qui en permet une compréhension plus fine. Ces résultats conduisent à reformuler le problème initialement posé.

Une interprétation plus poussée est menée au troisième chapitre. Un modèle simple de consommation de l'énergie de rupture au cours de l'essai BDWTT est proposé. Il permet de rendre compte du point de vue mécanique des deux comportements de transition observés. Les conséquences de l'anomalie de comportement de transition sur les propriétés de service sont alors discutées. Pour comprendre le rôle du matériau sur le comportement de transition, une approche locale de la rupture fragile est utilisée. En dernier lieu, après cette approche mécanique du problème, une approche plus métallurgique est engagée. Elle vise à identifier les constituants microstructuraux responsables de l'anomalie de comportement de transition.

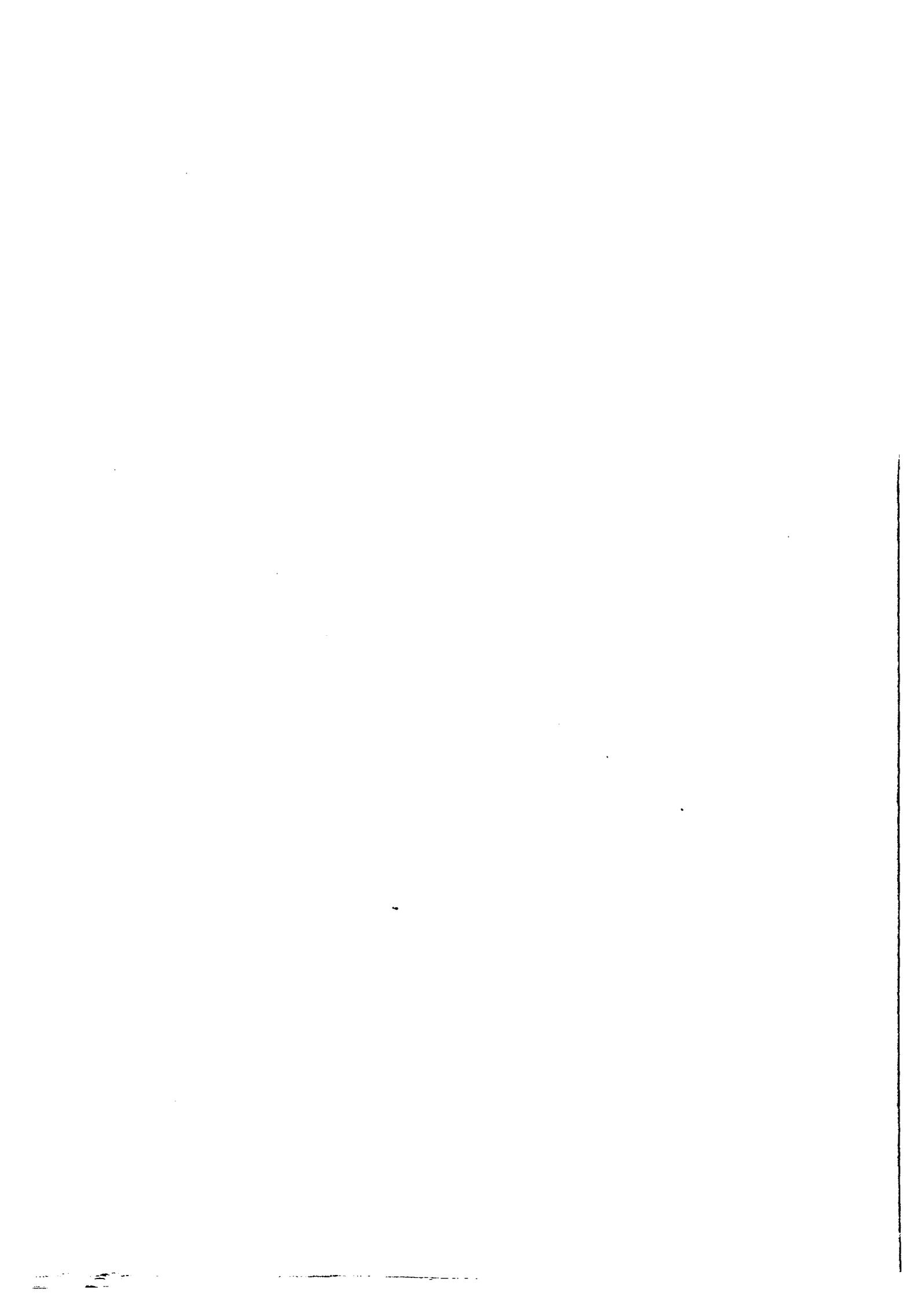
### **Références Bibliographiques**

- [ALV96] J. Alves "Le Gazoduc Magreb-Europe ouvre ses vannes", Les Echos, p. 9, 9 décembre 1996.
- [POL97] J. P. Polo, "L'industrie du pétrole se prépare à une libéralisation à l'échelle mondiale", Les Echos, p. 16, 20 octobre 1997.



**CHAPITRE I :**  
**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

**Caractérisation de la ténacité  
d'aciers pour tubes de grand diamètre  
par essais BDWTT**



# SOMMAIRE DU CHAPITRE I

<b>1. Introduction .....</b>	<b>I-1</b>
<b>2. La transition entre rupture fragile et rupture ductile .....</b>	<b>I-2</b>
2.1. Phénomène observé.....	I-2
2.2. Méthodes de caractérisation de la transition fragile/ductile .....	I-3
2.2.1. Les essais utilisés.....	I-3
2.2.2. Dépouillement.....	I-3
2.2.3. Relations entre les différents résultats.....	I-4
2.2.4. Exploitation des résultats .....	I-5
2.3. L'essai BDWTT.....	I-6
2.3.1. Eprouvettes.....	I-6
2.3.2. Installation et conditions d'essai.....	I-7
2.3.3. Résultats de l'essai BDWTT .....	I-7
<b>3. Les tubes de conduite de grand diamètre.....</b>	<b>I-8</b>
3.1. Les différents types de tubes.....	I-8
3.2. Conditions de service.....	I-9
3.3. Propriétés mécaniques des aciers utilisés.....	I-10
3.4. Prescriptions relatives à une commande de tubes .....	I-11
3.4.1. Aperçu de la spécification .....	I-11
3.4.2. Spécifications applicables aux essais de ténacité.....	I-13
<b>4. Utilisation de l'essai BDWTT pour caractériser la résistance à l'éclatement d'une conduite .....</b>	<b>I-14</b>
4.1. Plan de contrôle d'amorçage de rupture dans un gazoduc.....	I-14
4.1.1. Principe.....	I-14
4.1.2. Température de transition pour l'amorçage de rupture : FITT .....	I-15
4.1.3. Détermination d'une ténacité minimum .....	I-16
4.1.3.1. Exposé de la méthode .....	I-16
4.1.3.2. Discussion .....	I-18
4.2. Plan de contrôle de propagation de rupture dans un gazoduc.....	I-19
4.2.1. Principe.....	I-19
4.2.2. Température de transition pour la propagation de fissure : FPTT .....	I-19
4.2.3. Equations empiriques d'arrêt de propagation de rupture ductile .....	I-20

4.3. Discussion : Intérêt et limites de l'approche proposée .....	I-21
<b>5. Résumé du chapitre.....</b>	<b>I-22</b>
<b>6. Références bibliographiques du chapitre I.....</b>	<b>I-24</b>

# **CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **Caractérisation de la ténacité d'aciers pour tubes de grand diamètre par essais BDWTT**

### **1. Introduction**

Pour une même sollicitation, le comportement à la rupture des aciers ferritiques dépend fortement de la température. A basse température ces aciers se rompent de façon fragile, alors qu'à haute température ils se rompent de façon ductile. Il existe un intervalle de température sur lequel on observe une transition entre ces deux types de rupture. Cet intervalle de températures est généralement suffisamment faible pour qu'on puisse définir une température de transition séparant le domaine dans lequel le matériau est considéré comme fragile, du domaine dans lequel le matériau est considéré comme ductile.

Cette évolution du comportement du matériau avec la température est d'une importance pratique considérable. En effet, à basse température, la résistance d'un composant structural élaboré à partir d'un tel acier est considérablement plus faible que sa résistance à température ambiante. L'expérience montre par ailleurs que les chocs, ainsi que la présence de défauts ou d'accidents géométriques favorisent la rupture fragile. Plus généralement, la rupture fragile est favorisée par l'abaissement de la température, l'élévation de la vitesse de déformation et la triaxialité du champ de contraintes.

La conception de structures utilisées à basse température doit donc tenir compte de cette évolution des propriétés mécaniques. L'un des moyens de se prémunir contre la rupture fragile d'un composant est de choisir un matériau dont le comportement sera toujours ductile aux températures de service prévues. Divers essais de rupture par choc ont été conçus à cette intention. Le plus connu d'entre eux est l'essai Charpy<sup>1</sup>; mais divers autres essais sont également présentés au paragraphe 2.2.1. Ils combinent tous une vitesse de sollicitation élevée et un champ de contraintes fortement triaxial engendré par une entaille. Ces divers essais permettent de déterminer une température de transition pour le matériau testé, dans des conditions sévères que l'on espère ainsi conservatives.

---

<sup>1</sup> L'essai Charpy peut être effectué avec plusieurs types d'éprouvettes (U, V, Mesnager, Schnadt); l'éprouvette Charpy avec entaille en V étant de loin l'éprouvette la plus fréquemment utilisée, on emploiera ici le terme d'essai Charpy pour désigner l'essai Charpy V.

La température de transition ainsi définie n'est cependant pas la même pour tous ces essais. Plus généralement, la température de transition d'un matériau dépend des conditions expérimentales. La garantie fournie par de tels essais n'est donc que relative. Pour prévoir le comportement réel du composant, il faut également connaître la relation reliant la température de transition du matériau déterminée par les essais de laboratoire à la température de transition du composant en service. Cette relation est généralement obtenue de façon empirique, à partir d'observations expérimentales.

La première partie de ce chapitre consiste donc en la présentation du phénomène de transition fragile/ductile et des essais de caractérisation généralement utilisés. On s'attachera plus spécialement à la description de l'essai BDWTT. Le cas particulier des aciers pour tubes de conduite sera ensuite abordé, les conditions d'utilisation de ces produits nécessitant des propriétés et méthodes d'essais spécifiques. Les méthodes mises en œuvre pour prévenir le risque de rupture dans une conduite sous pression seront ensuite revues. On illustrera plus particulièrement l'utilisation de l'essai BDWTT.

## **2. La transition entre rupture fragile et rupture ductile**

### **2.1. Phénomène observé**

La ténacité des aciers à faible ou moyen carbone est fortement dépendante de la température. A la température ambiante, ces aciers présentent des ténacités élevées, le facteur d'intensité de contrainte critique est de l'ordre de 150 à 300  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . A basse température, les valeurs mesurées sont beaucoup plus faibles, 25 à 50  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  [MAR82]. Compte tenu de l'ampleur de la chute de propriétés observée, ce phénomène est d'une importance pratique considérable.

Pour un acier de type 16MND5, l'évolution de la ténacité en fonction de la température, mesurée par essais sur éprouvettes de type "Compact Tension" (CT), est présentée en figure I-1, [HEN84]. Deux phénomènes importants sont mis en évidence.

Tout d'abord, l'évolution de la ténacité en fonction de la température n'est pas linéaire. Trois domaines peuvent être distingués. Aux plus hautes températures, la ténacité est élevée et varie peu avec la température. Aux plus basses températures, la ténacité est faible et évolue également peu avec la température. La ténacité varie donc sur un intervalle de température restreint, entre -140 et -80°C pour les essais réalisés à la vitesse de 2  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ . Dans ce domaine de température, on observe également une forte dispersion des résultats, qui impose de réaliser plusieurs essais dans les mêmes conditions.

Du point de vue fractographique, on observe une rupture par clivage à basse température et une rupture ductile à cupules à haute température. Ce changement de ténacité et de type de rupture est usuellement appelé : "transition fragile/ductile". Son caractère très marqué fait qu'on

ne mentionne que très rarement la plage de température sur laquelle il se produit. Au contraire, on définit généralement une température unique, la température de transition. Sa définition est généralement relativement arbitraire. C'est par exemple la température à laquelle on atteint un niveau de ténacité donné. Le matériau est considéré comme étant tenace au dessus de la température de transition et fragile au dessous. Malgré son caractère quelque peu réducteur, en particulier du fait de la dispersion expérimentale, cette notion de température de transition est très largement utilisée.

On remarque également que la vitesse de sollicitation a une forte influence sur le phénomène de transition. Plus celle-ci est élevée, plus celui-là se produit à température élevée. Pour l'acier étudié par Henry et al. [HEN84], la température de transition à  $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , augmente de  $70^\circ\text{C}$  lorsque la vitesse de sollicitation passe de 2 à  $2 \cdot 10^4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} / \text{s}$ .

Les essais sur éprouvettes normalisées de type CT ne sont pas les plus adaptés pour mettre en évidence le phénomène de transition. En effet le même type de dépouillement ne peut être utilisé sur toute la plage de température, figure I-1. D'autre part, ces essais sont relativement longs et coûteux, car l'éprouvette est de forme complexe et doit être pré-fissurée avant rupture. D'autres essais plus simples sont donc généralement utilisés.

## **2.2. Méthodes de caractérisation de la transition fragile/ductile**

### **2.2.1. Les essais utilisés**

Pour un matériau donné, la transition fragile/ductile peut être observée quelle que soit l'éprouvette ou la structure sollicitée. Cependant des essais spécifiques ont été développés, en assez grand nombre, pour mettre en évidence ce phénomène. On citera en particulier, les essais Charpy, DTT (Dynamic Tear Test), Pellini et BDWTT, [AST95].

Tous ces essais diffèrent par la géométrie de l'éprouvette employée, figure I-2. En revanche, ils présentent de fortes similitudes dans leur principe. Ce sont tous des essais de flexion trois points par choc. L'énergie d'impact est fournie par la chute d'une masse mobile. Enfin, une entaille est utilisée pour amorcer la fissure. Ces dispositions permettent d'assurer la rapidité et la simplicité des nombreux essais nécessaires pour la description du phénomène de transition. D'autre part, l'utilisation de vitesses de sollicitation élevées permet de déterminer une température de transition conservative.

### **2.2.2. Dépouillement**

L'énergie de rupture de l'éprouvette n'est pas le seul résultat exploitable lors du dépouillement d'un tel essai. Elle n'est d'ailleurs pas utilisée pour les essais Pellini et BDWTT. La méthode de dépouillement la plus utilisée est l'analyse des faciès de rupture. On détermine usuellement la cristallinité, c'est à dire le rapport entre la surface rompue de façon fragile et la

section de l'éprouvette. Les modalités de cette mesure sont propres à chaque essai. Ce dépouillement est fait de façon visuelle par l'opérateur; il est donc entaché d'une erreur de mesure assez importante, néanmoins acceptable, compte tenu de l'importance de la dispersion expérimentale observée.

D'autres paramètres sont parfois utilisés. Le dépouillement de l'essai Pellini est basé sur la longueur de propagation de fissure fragile. Pour l'essai Charpy, on peut déterminer l'expansion latérale de l'éprouvette.

### 2.2.3. Relations entre les différents résultats

Les différents résultats que l'on obtient en dépouillant un même essai ne sont bien entendu pas indépendants. En effet, la propagation d'une fissure fragile s'accompagne de faibles déformations plastiques et consomme peu d'énergie. Au contraire, la propagation d'une fissure ductile entraîne une forte plastification de l'éprouvette et une consommation d'énergie importante. Lorsque la température varie, l'énergie de rupture et la cristallinité évoluent donc en sens inverse. Pour l'essai Charpy, les résultats expérimentaux peuvent être décrits par la relation (I-1), [ROS97] :

$$\frac{E}{E_p} = 0,9 \cdot \left(1 - \frac{C}{100}\right) + 0,1 \quad (\text{I-1})$$

avec : E           Energie de rupture de l'éprouvette,  
E<sub>p</sub>           Energie de plateau du matériau testé (énergie mesurée pour une rupture complètement ductile),  
C            Cristallinité de l'éprouvette.

Cependant, les deux températures de transition, en énergie et en cristallinité, ne coïncident généralement pas, figure I-3. Pour D. François [FRA96] l'imperfection de cette corrélation a deux explications. Tout d'abord, certaines zones macroscopiquement cristallines, observées en microscopie, se révèlent formées d'un mélange de plages de rupture par clivage et de plages de rupture ductile à cupules. D'autre part, l'énergie de rupture est dépensée pour amorcer et propager la rupture, alors que l'aspect du faciès de rupture ne traduit que la propagation de la rupture. On peut donc, dans certains cas, observer des ruptures consommant une énergie de rupture élevée, alors que le faciès de rupture de l'éprouvette reste globalement fragile.

Pour raisonner plus finement, il est donc intéressant de séparer l'énergie de rupture en plusieurs composantes. L'enregistrement de l'effort de rupture en fonction du temps permet une telle décomposition. En effet, à un terme correctif près, l'énergie de rupture correspond à l'aire sous la courbe force-temps. L'équipement des moutons-pendules Charpy par un dispositif de mesure de force s'est rapidement répandu au point que l'expression "essai Charpy instrumenté" désigne implicitement un essai Charpy avec mesure de l'effort de rupture.

L'évolution, en fonction de la température, des courbes donnant l'effort en fonction du temps pour un acier "de moyenne résistance", est donnée en figure I-4 [SER85]. On reconnaît aisément diverses étapes de l'essai : la montée en charge, le début de la plastification du ligament, l'amorçage et l'arrêt de la rupture fragile. Par contre, l'amorçage de la rupture ductile n'est pas immédiatement identifiable on admet généralement qu'il correspond au point d'effort maximal. Sur les différentes courbes, on remarque que l'effort maximal mesuré varie peu. En revanche, lorsque la température augmente, la durée de l'essai augmente et la chute de charge associée à la propagation de la fissure fragile est de moins en moins marquée.

On peut relier les courbes donnant l'effort en fonction du temps à l'aspect du faciès de rupture, par l'intermédiaire de la chute de charge relative  $\delta$  définie par la relation (I-2). En effet, une relation linéaire entre la cristallinité du faciès de rupture et la chute de charge relative a été observée, figure I-5 [FRA96].

$$\delta = \frac{P_F - P_A}{P_F} \quad (I-2)$$

avec les notations de la figure I-4 :

- $\delta$  chute de charge relative,
- $P_F$  effort à l'amorçage de la rupture fragile,
- $P_A$  effort à l'arrêt de la rupture fragile.

D'autres relations du même type ont également été proposées [ISO95]. Elles sont particulièrement utilisées pour les essais sur produits irradiés, pour lesquels l'estimation visuelle de la cristallinité par un opérateur n'est pas possible.

#### 2.2.4. Exploitation des résultats

Les résultats des essais qui viennent d'être présentés permettent de mettre facilement en évidence le phénomène de transition. En revanche, ils n'ont qu'une valeur relative, fonction de la méthode d'essai utilisée. La démarche du concepteur consiste donc à déterminer, par l'un des essais cités, la température de transition de l'acier étudié, et à la comparer à la température de service du composant. Or la température de transition dépend des conditions opératoires : l'influence de la vitesse de sollicitation a été présentée précédemment, le type d'essai et la géométrie de l'éprouvette utilisée ont également une influence notable, figure I-6 [WIL78].

C'est la qualité de l'adéquation entre les résultats de l'essai de laboratoire et le comportement de la structure en service qui justifie le choix préférentiel de l'un de ces essais pour une application donnée. Dans le cas des tubes de conduite, les meilleurs résultats sont obtenus en mesurant la température de transition par essais BDWTT.

### **2.3. L'essai BDWTT**

L'essai BDWTT est un essai de ténacité par choc en flexion trois points. La méthode d'essai pour tubes de conduite est définie dans la Pratique Recommandée RP 5L3 de l'American Petroleum Institute (API) [API78]<sup>2</sup>. Une normalisation en termes quasi-identiques peut également être trouvée dans la norme E 436 de l'ASTM [AST95]. Enfin, une norme européenne est en cours de rédaction [CEN97].

La normalisation édictée par l'API est la plus utilisée pour les essais sur tubes. Elle est applicable aux essais sur tubes de diamètre supérieur ou égal à 508 mm<sup>3</sup>, avec une épaisseur de paroi inférieure ou égale à 39,7 mm.

#### **2.3.1. Eprouvettes**

Les éprouvettes doivent être prélevées dans le tube de telle sorte que leur longueur soit dans la direction circonférentielle du tube. On peut redresser les éprouvettes pour les tester plus facilement, mais en cas de divergence avec les résultats sur éprouvettes non redressées, ces derniers résultats prévalent. En pratique, les essais sont généralement effectués sur des éprouvettes prélevées avant formage du tube.

La géométrie de l'éprouvette et les tolérances correspondantes sont indiquées en figure I-7. L'entaille réalisée dans l'éprouvette a une profondeur de  $5,08 \pm 0,51$  mm. L'angle d'entaille est de  $45 \pm 2^\circ$ . L'entaille doit obligatoirement être obtenue par enfoncement d'un couteau dans l'éprouvette. Nous parlerons, dans la suite du texte, "d'entaille pressée". Le rayon obtenu à fond d'entaille doit être de  $0,025^{+0,0127}_{-0,029}$  mm.

L'épaisseur B de l'éprouvette correspond à l'épaisseur de paroi du tube, si cette épaisseur est inférieure à 19,05 mm. Pour les tubes d'épaisseur supérieure, on peut utiliser des éprouvettes d'épaisseur plus faible que celle du tube, obtenues par rabotage sur une ou deux faces. L'épaisseur de l'éprouvette ne peut cependant être inférieure à 19,05 mm. De plus, une correction de température doit être appliquée aux résultats des essais sur éprouvettes réduites. L'essai effectué avec une éprouvette d'épaisseur réduite est réputé équivalent à un essai qui aurait été effectué avec éprouvette pleine épaisseur à une température supérieure, conformément au tableau I-1.

---

<sup>2</sup> A l'époque où ont été effectués les essais présentés dans ce document, la dernière révision de la norme API (1996) n'était pas encore en vigueur.

<sup>3</sup> Toutes les valeurs données dans la norme ont été converties en unités du système international.

*Tableau I-1 : Correction de température d'essai applicable aux éprouvettes BDWTT  
d'épaisseur réduite [API78]*

Epaisseur du tube (mm)	Correction de température d'essai (°C)
19,05 à 22,23	+ 5,5
22,23 à 28,58	+ 11,1
28,58 à 39,69	+ 16,6

### **2.3.2. Installation et conditions d'essai**

La machine d'essais peut être un mouton pendulaire ou vertical. La vitesse d'impact de la masse doit être supérieure ou égale à 4,88 m/s, ce qui correspond à une hauteur de chute minimale de 1,21 m. L'énergie du marteau doit être suffisante pour rompre l'éprouvette en un seul coup. La portée entre appuis de la machine est de  $254 \pm 1,6$  mm. L'alignement entre l'axe du marteau et l'entaille doit être assuré à 1,6 mm près. L'appareillage utilisé doit également prévenir toute rotation de l'éprouvette pendant l'essai.

Avant essai, les éprouvettes doivent être mises à température dans un bain thermostaté. La température du bain doit être uniforme et ne doit pas s'écarter de plus de 1°C de la température d'essai. La durée minimale de maintien dans le bain dépend de l'épaisseur de l'éprouvette : 15 minutes pour les épaisseurs inférieures à 19,05 mm, 30 minutes pour les épaisseurs supérieures. Les éprouvettes doivent être cassées moins de 10 s après leur sortie du bain.

### **2.3.3. Résultats de l'essai BDWTT**

L'évaluation du résultat de l'essai consiste à déterminer la fraction de la surface rompue qui présente une apparence de rupture ductile<sup>4</sup>. Le résultat est exprimé en pourcentage de la surface rompue. On exclut de la surface à estimer les zones de largeur  $t$ , se trouvant à proximité du fond d'entaille et du point d'impact du marteau, comme défini en figure I-8. En effet, on considère que ces zones ont été artificiellement fragilisées par le processus expérimental. La distance  $t$  est l'épaisseur de l'éprouvette pour les épaisseurs inférieures à 19,05 mm, et est égale à 19,05 mm pour les épaisseurs supérieures à 19,05 mm.

Occasionnellement, le faciès de rupture peut comporter, au centre de l'éprouvette, une alternance de ruptures fragiles et ductiles. Seules les lèvres de rupture ductile situées sur les cotés du faciès de rupture doivent alors être prises en compte pour l'évaluation du pourcentage de rupture ductile, comme défini en figure I-9.

---

<sup>4</sup> En France, on utilise la notion de cristallinité de préférence à la notion de rupture ductile.

Pour l'évaluation de la surface rompue de façon ductile, un éventail de méthodes est laissé au choix de l'expérimentateur : planimétrie, comparaison avec un jeu calibré d'éprouvettes rompues, ou toute autre méthode de précision équivalente.

Une méthode de mesure est proposée en annexe de la spécification. Celle-ci range le faciès de rupture d'une éprouvette BDWTT dans l'une des trois classes présentées sur la figure I-10 :

- a), la rupture fragile ne s'étend pas jusqu'à la zone de mesure, la rupture est dite ductile à 100 %.

- b), la rupture fragile atteint la zone de mesure, mais ne la traverse pas. Le contour de la zone de rupture fragile peut être approché par une cubique. La portion du faciès de rupture rompue de façon ductile peut alors être déterminée en appliquant la relation (I-3). Les paramètres A, B, C et t sont définis en figure I-10.

$$RD\% = \frac{(71-2t) \cdot B - 3/4 \cdot AC}{(71-2t) \cdot B} \quad (I-3)$$

avec : RD%    taux de rupture ductile (%)

- c), la rupture fragile traverse totalement la zone de mesure. Pour obtenir le pourcentage de rupture ductile, on peut alors mesurer en trois ou quatre points la largeur des lèvres de rupture ductile et diviser la valeur moyenne de ces mesures par la largeur totale de l'éprouvette.

Le compte-rendu d'essais doit indiquer le repère des éprouvettes testées, la température d'essai et la fraction du faciès rompue de façon ductile. Remarquons que cette norme ne mentionne pas la mesure de l'énergie de rupture de l'éprouvette, seule l'évaluation des faciès de rupture est normalisée.

### **3. Les tubes de conduite de grand diamètre**

#### **3.1. Les différents types de tubes**

Le transport par conduite de produits pétroliers prend essentiellement deux formes : le transport à courte distance, à l'intérieur d'un même site, et le transport à longue distance qui relie par voie de terre les sites de production et de raffinage, les ports et les centres de distribution et de consommation. Au sein d'un site pétrolier, le réseau de conduites est très dense. Mais, prises individuellement, ces conduites restent de longueur et de débit limités, donc de diamètre modeste. Au contraire, le transport à longue distance repose généralement sur une conduite unique à fort débit. Ces conduites de fort diamètre sont exploitées sous des pressions de service élevées.

Une conduite est construite à partir de tubes soudés bout à bout. Chaque tube a une longueur d'environ 10 m. On distingue quatre types de tubes : les tubes sans soudure, les tubes soudés par résistance électrique, les tubes soudés par arc immergé avec soudure spirale,

et les tubes soudés par arc immergé avec soudure longitudinale. Les deux premiers types de tubes sont essentiellement utilisés pour les conduites de diamètre inférieur à 24 " (609,6 mm), dites conduites de petit diamètre. Les deux derniers types de tubes sont utilisés pour les conduites de grand diamètre. Cependant les tubes avec soudure spirale sont plus difficiles à réaliser, ce qui explique une certaine réticence des utilisateurs vis à vis de ce type de tubes. Les tubes de grand diamètre sont donc essentiellement des tubes soudés à l'arc avec soudure longitudinale.

### 3.2. Conditions de service

La construction d'une conduite de transport à longue distance est une opération coûteuse, qui consomme des quantités considérables d'acier. Chaque marché est donc individualisé, et le client définit un cahier des charges spécifique. Comment définit-on les caractéristiques mécaniques que l'on attend d'un tube à partir des conditions de service de la conduite?

Le diamètre du tube dépend essentiellement du débit escompté. Remarquons également que les pertes de charge dans un tube sont une fonction inverse de son diamètre, d'après la formule (I-4). L'énergie à fournir au fluide en mouvement est donc plus faible pour un tube de diamètre plus élevé, ce qui réduit le coût opérationnel de l'oléoduc.

$$\Delta P = \frac{\lambda l}{D} \cdot \rho \cdot \frac{u^2}{2} \quad (\text{I-4})$$

<i>avec :</i>	$\Delta P$	perte de charge entre deux sections A et B du tube (Pa)
	$\lambda$	coefficient de pertes de charges linéiques
	$l$	distance entre les sections A et B (m)
	$D$	diamètre du tube (m)
	$\rho$	masse volumique du fluide (kg/m <sup>3</sup> )
	$u$	vitesse du fluide (m/s)

Les impératifs économiques conduisent donc à l'utilisation de diamètres toujours plus élevés. Le diamètre maximum des conduites installées s'est progressivement élevé jusqu'à 60 ", soit 1524 mm. Un des obstacles à l'augmentation des diamètres est la largeur des tôles nécessaires, qui excède alors la capacité des laminoirs.

Pour déterminer complètement la géométrie du tube, il faut fixer l'épaisseur de paroi. On recherche généralement à utiliser des tubes à parois minces, qui sont plus facilement formés et soudés. Les épaisseurs courantes sont comprises entre 0,5 et 1 ", soit 12 à 25 mm.

La pression de service du tube est une donnée essentielle. Elle détermine la contrainte circonférentielle nominale dans le tube assimilé à une enveloppe mince, d'après :

$$\sigma = \frac{PR}{t} \quad (\text{I-5})$$

avec :  $\sigma$       contrainte circonférentielle nominale  
P            pression de service  
R            rayon du tube (mm)  
t            épaisseur de paroi du tube (mm)

Dans un tube, la contrainte circonférentielle est la plus grande des contraintes principales. Pour un tube sous pression fermé à chaque extrémité la valeur de la contrainte circonférentielle est théoriquement le double de celle de la contrainte axiale. Pour un tube réel, le rapport entre ces contraintes reste proche de cette valeur théorique. C'est donc à partir de la contrainte circonférentielle que l'on détermine la limite d'élasticité du matériau utilisé.

Pour accroître les pressions de service et les diamètres des conduites sans augmenter les épaisseurs de paroi utilisées, il est nécessaire d'augmenter la limite d'élasticité des aciers utilisés. L'évolution observée dans ce sens depuis 1958 est résumée en figure I-11, [GRA87].

La température de service est également une donnée très importante puisqu'elle impose la température de transition de l'acier utilisé. Elle dépend de la nature du fluide transporté; en effet, le pétrole est généralement transporté chaud pour diminuer sa viscosité, alors que le gaz est transporté à température ambiante. La température de service d'un oléoduc est donc plus élevée que la température de service d'un gazoduc. Pour les champs gaziers situés dans des régions arctiques comme l'Alaska ou la Sibérie, on doit bien sûr utiliser des aciers à très basse température de transition.

### **3.3. Propriétés mécaniques des aciers utilisés**

Les propriétés mécaniques que l'on demande à un acier pour tubes sont essentiellement la résistance mécanique et la ténacité. Une soudabilité aisée est également nécessaire.

La résistance mécanique est la première des propriétés exigées d'un composant structural. Pour un tube, on impose usuellement une limite d'élasticité minimum et un écart suffisant entre limite d'élasticité et résistance à rupture. Le rapport entre la contrainte circonférentielle dans le tube et la limite d'élasticité varie habituellement entre 0,6 et 0,8; ce qui correspond à un coefficient de sécurité compris entre 1,25 et 1,67. Les nuances d'acier les plus utilisées, ont des limites d'élasticités minimales comprises entre 360 et 480 MPa<sup>5</sup>. Le rapport entre la limite d'élasticité et la résistance à rupture est généralement de l'ordre de 0,8 à 0,9.

---

<sup>5</sup> Elles correspondent aux nuances X52 à X70 de la spécification API (cf. § 3.4.1).

Un tube d'acier est soudé deux fois : lors de sa fabrication et lors de sa pose. Il doit donc être facilement soudable, d'autant plus que les conditions opératoires sur chantier sont difficiles. La soudabilité est principalement limitée par trois phénomènes : la fissuration à chaud, la fissuration à froid et la fragilité de la zone affectée thermiquement (ZAT). La fissuration à chaud se produit par migration et ségrégation d'impuretés aux joints de grains au cours de l'opération de soudage. L'aciériste devra donc limiter la teneur de ces impuretés. La fissuration à froid consiste en la fragilisation de la zone affectée par la chaleur par de l'hydrogène qui s'y est introduit pendant l'opération de soudage. L'apport d'hydrogène est principalement dû à l'humidité des baguettes de soudage, on le limite aisément en étuvant les baguettes. La fragilité en ZAT est due à la formation de structures de trempe fragiles martensite et bainite. Elles se forment lors du refroidissement rapide d'aciers riches en carbone. L'aciériste devra donc limiter la teneur en carbone de l'acier. Dans la pratique on raisonne également en terme "d'équivalent carbone". Ce taux de carbone équivalent permet de prendre en compte l'influence d'autres éléments d'addition. On le calcule à l'aide de la formule (I-6) dans laquelle la teneur des différents éléments d'addition est exprimée en pourcentage de composition massique. L'aptitude au soudage peut être estimée à partir des taux de carbone et de carbone équivalent, (Figure I-12).

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr + Mo + V}{5} + \frac{Ni + Cu}{15} \quad (I-6)$$

Il a été vu que dans une conduite, la contrainte la plus intense est la contrainte circonférentielle, due à la pression interne y régnant. Toute la conduite étant soumise au même état de contraintes, si celui-ci est suffisant pour maintenir la propagation d'une fissure, elle pourra alors se propager sur de très grandes distances. Une rupture sur une distance de 8,3 miles (13,3 km) a été observée au début des années 1960 [EIB74].

Historiquement, les concepteurs de conduites ont tout d'abord dû se prémunir contre la propagation de fissures fragiles. Ceci est possible en choisissant des aciers ayant une température de transition suffisamment basse. Ils ont ensuite été confrontés à la propagation de fissures ductiles. Pour éviter la propagation de ce type de fissures, il faut choisir des aciers ayant une ténacité au niveau du palier ductile suffisamment élevée. Cette démarche sera décrite en détail au paragraphe I.4.

### **3.4. Prescriptions relatives à une commande de tubes**

#### **3.4.1. Aperçu de la spécification**

La Spécification 5L de l'American Petroleum Institute [API90] est une norme applicable aux tubes destinés au transport de pétrole, de gaz naturel ou d'eau, dans les industries pétrolières ou gazières. Cette spécification définit les propriétés que doit vérifier le tube, et les

moyens d'essai correspondants. Sont en particulier définies les exigences relatives aux domaines suivants : procédés d'élaboration, composition chimique, propriétés mécaniques, dimensions, procédés de contrôle.

Les recommandations peuvent être obligatoires ou facultatives; en effet, pour des commandes importantes, il existe de fait une plage de négociation entre acheteur et vendeur. La définition de certaines caractéristiques est donc laissée à l'appréciation des deux parties.

Nous ne nous attarderons pas sur l'ensemble des caractéristiques imposées à un tube. Nous nous restreindrons à un résumé des exigences relatives à la composition chimique et aux propriétés mécaniques des aciers pour tubes.

Les aciers pour tubes sont des aciers au carbone-manganèse. Leur composition doit correspondre aux spécifications du tableau I-2. De nombreuses dérogations sont cependant possibles sous réserve d'accord entre fabricant et acheteur du tube.

*Tableau I-2 : Spécifications relatives à la composition des aciers pour gros tubes soudés, [API90].*

Type de tube	Grade et classe	C Max.	Mn		P		S Max.	Cb Min.	V Min.	Ti Min.
			Max.	Min.	Max.	Min.				
A soudure électrique ou continue	A25 CI II	0,21	0,30	0,60	-	0,045	0,06	-	-	-
"	A25 CI II	0,21	0,30	0,60	0,045	0,080	0,06	-	-	-
Avec ou sans expansion à froid	A	0,21	-	0,90	-	0,04	0,05	-	-	-
"	B	0,26	-	1,15	-	0,04	0,05	-	-	-
"	X42	0,28	-	1,25	-	0,04	0,05	-	-	-
Non expansé	X46, X52	0,30	-	1,35	-	0,04	0,05	-	-	-
Expansé à froid	X46, X52	0,28	-	1,25	-	0,04	0,05	-	-	-
Avec ou sans expansion à froid	X56, X60	0,26	-	1,35	-	0,04	0,05	0,005	0,005	0,005
"	X65	0,26	-	1,4	-	0,04	0,05	0,005	0,005	0,005
"	X70	0,23	-	1,60	-	0,04	0,05	-	-	-
"	X80	0,18	-	1,80	-	0,030	0,018	-	-	-

Un contrôle régulier des propriétés mécaniques des tubes doit être effectué. Les essais à effectuer consistent en des essais de traction sur le métal de base et sur la soudure, des essais d'écrasement du tube, des essais de flexion contrôlée (guided bend tests) et des essais de ténacité. La fréquence du contrôle dépend du type d'essais. En règle générale, on effectue au moins un essai de chaque type par coulée.

Les propriétés de traction sont définies dans le tableau I-3. Les essais peuvent être effectués sur éprouvettes cylindriques, prismatiques ou sur une portion de paroi du tube. Remarquons que les références les plus courantes de la classification comportent une indication

des propriétés mécaniques du matériau. Par exemple la référence X60 doit avoir une limite d'élasticité minimale de 60000 livres par pouce carré (soit 413 MPa).<sup>6</sup>

Tableau I-3 : Spécifications applicables aux propriétés de traction [API90].

Nuance	Re min.		Rm min.		Rm max.		A min.* %
	PSI	MPa	PSI	MPa	PSI	MPa	
A25	25000	172	45000	310			29,5
A	30000	207	48000	331			27,5
B	35000	241	60000	413			22,5
X42	42000	289	60000	413			22,5
X46	46000	317	63000	434			21,5
X52	52000	358	66000	455			21,0
X56	56000	386	71000	489			19,5
X60	60000	413	75000	517			18,5
X65	65000	448	77000	530			18,0
X70	70000	482	82000	565			17,0
X80	80000	551	90000	620	120000	827	15,5

\* Pour une éprouvette cylindrique de diamètre 1/2" (12,7 mm).

La norme impose également un allongement à rupture minimum. Il est défini par la formule (I-7) pour une éprouvette de longueur utile 2", soit 50,8 mm.

$$A\% = 1942,57 \frac{S^{0,2}}{R_m^{0,9}} \quad (I-7)$$

avec : A% Allongement à rupture (%)  
 S Section de l'éprouvette (mm<sup>2</sup>)  
 R<sub>m</sub> Résistance à la traction minimum (MPa)

### 3.4.2. Spécifications applicables aux essais de ténacité

Les recommandations concernant les essais de ténacité, essai Charpy et essai BDWTT, sont indiquées au paragraphe 20 de la section 4 de la spécification 5L. Excepté pour la nuance X80 pour laquelle une garantie de ténacité est exigée, ces essais sont facultatifs; mais le client peut les imposer au fournisseur.

<sup>6</sup> 1000 PSI (Pound per Square Inch) correspondent à 6,895 MPa.

La procédure suivie pour la mise en œuvre d'essais BDWTT figure alors dans la condition supplémentaire SR6 de la spécification 5L. Pour chaque lot de tubes provenant d'une coulée donnée, au moins deux éprouvettes doivent être testées. Les éprouvettes doivent être prélevées en sens travers. La position de prélèvement sur la circonférence du tube doit être située à 90° de la position de la soudure, figure I-13.

La température d'essai, choisie par le client, doit être inférieure à 10°C. Pour au moins 80 % des coulées fournies, le pourcentage de rupture ductile observé sur le faciès de rupture doit être supérieur à 40 %. Si cette condition n'est pas remplie, le fournisseur est responsable du remplacement des coulées incriminées.

#### **4. Utilisation de l'essai BDWTT pour caractériser la résistance à l'éclatement d'une conduite**

Le risque d'amorçage et de propagation d'une fissure fragile a pu être très significativement diminué en choisissant, grâce aux méthodes décrites aux paragraphes 4.1 et 4.2, des aciers dont la température de transition est suffisamment basse. En revanche, le risque de propagation d'une fissure ductile est significativement plus élevé. D'autre part, l'élévation des limites d'élasticité des aciers utilisés et des pressions de service employées nécessitent d'améliorer la ténacité des aciers pour tubes. La propagation ductile de fissure est donc aujourd'hui largement étudiée. Les résultats obtenus, bien que n'étant pas au cœur du problème posé, permettent cependant de comprendre la fissuration d'une conduite et sont présentés en annexe A1.

##### **4.1. Plan de contrôle d'amorçage de rupture dans un gazoduc**

L'Institut Battelle (Battelle Memorial Institute) propose aux concepteurs de conduites une méthodologie pour prévenir l'occurrence d'une rupture dans un gazoduc. Cette méthode est exposée par R. J. Eiber et T. A. Bubenik dans deux articles [EIB93-1] et [EIB93-2] distinguant le contrôle de l'amorçage du contrôle de la propagation de la rupture. Ces deux plans de contrôle seront successivement décrits en portant une attention plus particulière à l'utilisation des essais BDWTT.

##### **4.1.1. Principe**

La démarche adoptée pour le contrôle de l'amorçage de rupture pour un gazoduc neuf est présentée sur la figure I-14. Les variables d'entrée permettent de connaître les propriétés mécaniques du tube, ainsi que les sollicitations auxquelles il est soumis.

Le but du plan de contrôle est d'imposer deux garanties : la rupture doit s'amorcer de façon ductile, et uniquement à partir de défauts de taille suffisamment importante. La procédure comporte donc deux branches distinctes. La première vise à définir une "température de

transition pour l'amorçage de rupture". La seconde permet, en fonction d'une taille de défaut admissible, de déterminer une ténacité minimum du tube.

#### 4.1.2. Température de transition pour l'amorçage de rupture : FITT

La ténacité d'un tube à l'amorçage de la rupture dépend de la température. Eiber et Bubenik définissent une "température de transition pour l'amorçage de la rupture" (FITT : Fracture Initiation Transition Temperature), à savoir la température limite entre une zone de ténacité élevée constante, (pour les températures supérieures à la FITT), et une zone de ténacité décroissante, (pour les températures inférieures à la FITT).

On a pu mettre en évidence que la température de transition à 85 % de rupture ductile, déterminée par essais BDWTT, pouvait être utilisée pour prévoir la FITT du tube en service. Pour cela la FITT a été déterminée à partir d'essais d'éclatement de tubes. On la compare à la température de transition à 85 % de rupture ductile déterminée par essais BDWTT. Deux types de défauts ont été étudiés, les défauts traversants et les défauts non traversants.

La figure I-15 résume les résultats de 6 essais d'amorçage de rupture sur un défaut traversant. Ces essais ont été conduits sur des tubes de 762 mm de diamètre et de 9,5 mm d'épaisseur de paroi. La longueur initiale du défaut était de 222 mm. L'acier utilisé était un X52. Contrairement aux essais d'éclatement présentés précédemment on s'intéresse ici à l'amorçage et non à la propagation de la rupture.

On représente la pression d'éclatement du tube à une température donnée comme un pourcentage de la pression d'éclatement d'un tube rompu de façon entièrement ductile. On remarque qu'au dessus de 0°F, la rupture est ductile et la pression d'éclatement constante. En dessous de -4°F, la pression d'éclatement décroît. Pour ce tube, la FITT est donc de -4°F.

On a également reporté, sur le même graphique, la courbe de transition de cet acier définie par essais BDWTT. On remarque que la FITT du tube est inférieure de 33°C (60°F) à la température de transition à 85 % de rupture ductile obtenue par essais BDWTT.

Des essais semblables ont été conduits pour un défaut non traversant. Les tubes utilisés avaient un diamètre de 762 mm et une épaisseur de paroi de 9,1 mm. La longueur initiale du défaut était de 152 mm, sa profondeur était égale à la moitié de l'épaisseur de la paroi du tube. L'acier utilisé était un X60. Les résultats de ces essais sont présentés en figure I-16.

Dans l'intervalle de températures étudié, la rupture est 100 % ductile et la pression d'éclatement du tube ne décroît pas. La FITT telle que précédemment définie, est dans le cas présent inférieure à la température d'essai minimale utilisée, (qui semble être de l'ordre de -75°F). L'écart entre la FITT et la température de transition à 85 % de rupture ductile obtenue par essais BDWTT, est dans ce cas supérieur à 115°F (64°C).

La FITT du tube dépend donc du type de défaut initialement présent. En se basant sur le défaut traversant, qui est le plus pénalisant, les auteurs définissent la FITT d'un tube comme la température de transition à 85 % de rupture ductile obtenue par essais BDWTT, moins 28°C (50°F).

Pour obtenir un critère applicable industriellement, il ne reste plus alors qu'à définir une relation entre la température minimale de service et la FITT. Les auteurs proposent de distinguer deux conditions de service. Lorsque l'oléoduc n'est soumis qu'à des sollicitations quasi-statiques, la FITT doit être inférieure ou égale à la température de service plus 28°C (50°F). Lorsque des vitesses de sollicitation plus importantes sont prévues, par exemple pour un oléoduc sous-marin soumis à la houle ou situé dans une zone sismique, la FITT doit alors être inférieure ou égale à la température de service de l'oléoduc.

### 4.1.3. Détermination d'une ténacité minimum

#### 4.1.3.1. Exposé de la méthode

La deuxième partie du plan de contrôle consiste à déterminer la ténacité minimum du tube pour l'amorçage de rupture en fonction d'une taille de défaut acceptable. Les auteurs proposent plusieurs méthodes de calcul, applicables aux différents types de défauts rencontrés dans un tube : défauts traversants, défauts non traversants, indentations. Seule la méthode relative aux défauts traversants sera présentée ici.

La méthode est basée sur la relation (I-8) proposée par le code de construction britannique PD 6493 [BSI91], qui permet de calculer la résistance à la rupture d'une structure fissurée. Cette relation est représentée graphiquement dans un diagramme  $K_{appl}/K_c$ ,  $\sigma_{appl} / \bar{\sigma}$ , dont les axes peuvent être compris comme représentant respectivement le risque de rupture fragile et le risque d'écoulement plastique, figure I-17. Elle permet de définir dans ce plan, un domaine de non rupture tenant compte de la combinaison des deux risques. Sur chacun des axes,  $K_{appl}=K_c$  et  $\sigma_{appl} = \bar{\sigma}$  sont les bornes évidentes de ce domaine.

$$\frac{K_{appl}}{K_c} = \frac{\sigma_{appl}}{\bar{\sigma}} \left( \frac{8}{\pi^2} \ln \sec \left( \frac{\sigma_{appl}}{\bar{\sigma}} \right) \right)^{-0,5} \quad (I-8)$$

avec :

- $K_{appl}$  facteur d'intensité de contrainte appliqué (MPa√m)
- $K_c$  facteur d'intensité de contrainte critique du matériau (MPa√m)
- $\sigma_{appl}$  contrainte appliquée à la structure
- $\bar{\sigma}$  contrainte d'écoulement du matériau : limite d'élasticité +1,45 MPa (MPa)

Dans le cas d'un tube présentant une fissure longitudinale traversante de longueur  $2c$  :

$$\sigma_{\text{appl}} = M_T \sigma_h \quad (\text{I-9})$$

et 
$$K_{\text{appl}} = \sigma_{\text{appl}} \cdot \sqrt{\pi c} \quad (\text{I-10})$$

avec :  $\sigma_h$  contrainte circonférentielle nominale : approximativement égale à  $PR/t$ , (MPa)  
 $P$  Pression interne à rupture  
 $M_T$  facteur de correction de Folias, défini ci-dessous :

$$M_T = \sqrt{1 + 1,25 \left( \frac{c^2}{Rt} \right) - 0,135 \left( \frac{c^4}{R^2 t^2} \right)} \quad (\text{I-11})$$

avec :  $2c$  longueur du défaut traversant (mm)  
 $R$  rayon du tube (mm)  
 $t$  épaisseur de paroi du tube (mm)

Le facteur de correction de Folias, [FOL64], permet de tenir compte de l'intensification de contrainte engendrée par l'ovalisation du tube. On peut finalement écrire :

$$K_c^2 = \frac{8}{\pi} c \bar{\sigma}^2 \ln \sec \left[ \frac{\pi M_T \sigma_h}{2 \bar{\sigma}} \right] \quad (\text{I-12})$$

Les auteurs proposent alors d'estimer  $K_c$  à partir des résultats d'essais Charpy. Pour cela, le taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  est calculé à partir de l'énergie de plateau ductile par unité de surface, mesurée par essais Charpy, grâce à la relation (I-13). Cette relation a été établie à partir de résultats expérimentaux. Pour différents aciers, la valeur de  $G_c$  a été calculée à partir d'essais d'éclatement de tubes. On a observé que les valeurs ainsi calculées étaient en correspondance linéaire avec les énergies de plateau ductile "Charpy", figure I-18.

$$G_c = \frac{C_v}{A_c} \quad (\text{I-13})$$

avec :  $G_c$  taux de restitution d'énergie critique en contraintes planes ( $J/mm^2$ )  
 $C_v$  énergie du plateau ductile "Charpy" (J)  
 $A_c$  surface rompue dans l'essai Charpy ( $mm^2$ )

$K_c$  est ensuite déduit de  $G_c$  par la relation (I-14) :

$$G_c \equiv \frac{K_c^2}{E} \quad (\text{I-14})$$

avec :  $E$  module d'Young (MPa)

Les mêmes relations peuvent être employées en utilisant l'énergie de plateau ductile obtenue par essais BDWTT. Il suffit d'introduire la correction définie par la formule (I-15).

$$\frac{E_d}{A_d} = 300 + 3 \frac{C_v}{A_c} \quad (\text{I-15})$$

avec :  $E_d$       Energie du plateau ductile "BDWTT" (J)  
 $A_d$       Surface rompue dans l'essai BDWTT (mm<sup>2</sup>)

Cependant la mesure de l'énergie de rupture par essais BDWTT est encore très peu utilisée par les producteurs ou acheteurs de tubes. La garantie de résilience la plus couramment utilisée est donc basée sur l'énergie de plateau ductile obtenue par essais Charpy.

#### 4.1.3.2. Discussion

Il est clair que les grandeurs de  $G_c$  et  $K_c$  déterminées à l'aide des relations (I-13) à (I-15), n'ont qu'un lointain rapport avec les définitions communément admises de  $G_c$  ou  $K_c$  en plasticité confinée. Une grandeur calculée à partir de l'énergie de plateau Charpy peut tout au plus être représentative de la résistance à la propagation ductile de fissure.

Utiliser ces grandeurs dans la relation (I-12) conduit à combiner un critère de rupture par écoulement plastique et un critère de rupture ductile, alors que l'esprit de la méthode proposée par BSI consiste à combiner un critère de rupture par écoulement plastique et un critère de rupture fragile. Compte tenu du fait que les tubes sont utilisés à des températures supérieures à leur température de transition, la démarche proposée par les auteurs n'est pas dépourvue de sens physique. Il eut cependant été préférable d'utiliser un autre symbole que  $K_c$  pour désigner le paramètre de résistance à la fissuration ductile.

Une comparaison des pressions d'éclatement prédites à l'aide des relations (I-12) à (I-15) avec des résultats expérimentaux a été effectuée. Ces résultats expérimentaux, regroupant un total de 92 essais, sont présentés en figure I-19. Le nuage de points ainsi obtenu a été interpolé par régression linéaire. La pente de la droite obtenue est de 1,01 avec un coefficient de corrélation  $r^2$  égal à 0,957.

La justesse de la prédiction est indéniable. Il convient cependant de remarquer que pour tous ces essais, l'écoulement plastique est vraisemblablement la principale limite à la résistance du tube (c'est à dire  $M_T \cdot \sigma_h$  voisin de  $\bar{\sigma}$ ). Dans ce cas, la valeur critique de  $\sigma_h$  ne dépend que faiblement de " $K_c$ " tel que calculé par les auteurs et il importe peu que cette grandeur n'ait pas été calculée avec précision. Ce point de vue est confirmé par le fait que la simple application de la condition d'écoulement plastique ( $M_T \cdot \sigma_h = \bar{\sigma}$ ) permet d'estimer de façon relativement correcte la pression d'éclatement, figure I-20.

## **4.2. Plan de contrôle de propagation de rupture dans un gazoduc**

### **4.2.1. Principe**

La démarche adoptée pour le contrôle de la propagation de rupture dans un gazoduc neuf est présentée en figure I-21.

Les variables d'entrée sont les propriétés mécaniques du tube et les sollicitations auxquelles il est soumis. Ici, pour un gazoduc, la composition du gaz est prise en compte, car elle influence sur la dépressurisation du tube.

La philosophie du plan de contrôle de la propagation de rupture est très proche de celle du plan de contrôle de l'amorçage de rupture. Deux garanties sont à respecter : la rupture doit se propager de façon ductile ; elle doit pouvoir être arrêtée sur une distance donnée. Le plan de contrôle ne sera pas détaillé ici. Nous nous contenterons d'indiquer les spécifications concernant l'essai BDWTT.

### **4.2.2. Température de transition pour la propagation de fissure : FPTT**

La garantie de propagation ductile de la fissure est basée sur le concept de température de transition pour la propagation d'une fissure (FPTT : Fracture Propagation Transition Temperature). De même que pour la FITT, la valeur de la FPTT est déterminée à l'aide d'essais BDWTT.

Des essais d'éclatement de tubes ont montré une bonne corrélation entre l'aspect du faciès de rupture d'un tube et celui d'une éprouvette BDWTT. La figure I-22 présente une moyenne de 37 courbes de transition obtenues par essais BDWTT et de 99 essais de rupture de tubes, pour lesquels le taux de rupture ductile a été déterminé à différentes températures. Le pourcentage de rupture ductile observé sur le faciès de rupture est exprimé en fonction de la température. Pour permettre la comparaison entre des résultats obtenus sur différents aciers, le zéro de l'échelle des températures est un zéro relatif : la température de transition à 85 % de rupture ductile obtenue par essais BDWTT.

On remarque que les résultats des essais BDWTT sont très proches des résultats obtenus pour la rupture des tubes. Pour un intervalle de températures compris entre 0 et -35°F (20°C), il y a une différence d'au maximum 15 % entre les taux de rupture ductile mesurés. Pour les températures inférieures, les deux courbes sont confondues.

**Les résultats présentés par l'institut Battelle établissent donc l'intérêt de l'essai BDWTT pour prévoir la température de transition en service d'un tube de conduite.**

Les auteurs définissent donc la FPTT (Fracture Propagation Transition Temperature ) d'un tube comme égale à la température de transition à 85 % de rupture ductile obtenue par essais BDWTT. Le mode de propagation de la rupture est déterminé par la valeur de la température de service par rapport à la FPTT de l'acier. Si la température de service est supérieure à la FPTT de l'acier, la rupture se propagera de façon entièrement ductile. Si la température de service est inférieure à la FPTT, la rupture sera d'autant plus fragile que l'écart entre ces deux températures sera important.

La traduction de cette garantie dans le cahier des charges soumis à un fabricant de tubes peut alors se faire avec deux niveaux d'exigence :

- i) si l'on désire que la totalité des tubes se rompent de manière ductile, alors il faut imposer un taux de 85 % de rupture ductile sur le faciès de l'éprouvette BDWTT;
- ii) pour imposer, qu'à la température minimale de service, 50 % des tubes se rompent de façon ductile, il faut imposer que le faciès de rupture d'une éprouvette BDWTT testée à cette même température présente un minimum de 40 % de rupture ductile.

#### 4.2.3. Equations empiriques d'arrêt de propagation de rupture ductile

Le principe de la méthode proposée consiste, connaissant les conditions de service de la conduite, à déterminer une ténacité minimale pour arrêter la propagation d'une rupture ductile. Divers instituts de recherche se sont penchés sur ce problème et ont publié des relations empiriques fournissant une estimation de la ténacité minimale nécessaire pour arrêter la propagation d'une rupture ductile dans un tube. On peut citer en particulier les relations établies par : l'Institut Battelle [MAX75], l'American Iron and Steel Institute [AIS74], British Gaz Corporation [FEA80], le Centro Sviluppo Materiali [BON80], et l'Institut Mannesmann [VOG83].

Ces formules ont été obtenues en interpolant des résultats d'essais d'éclatement de tubes. Ces essais et leur dépouillement sont présentés en annexe A-1. Elles permettent de déterminer la valeur minimale de l'énergie de plateau "Charpy", connaissant la contrainte circonférentielle dans le tube. La formule (I-16), proposée par l'American Iron and Steel Institute [AIS74], est un bon exemple de ce type d'approche.

$$C_{v \ 2/3} = 2,377 \cdot 10^{-4} \sigma_h^{1.5} \cdot (2R)^{0.5} \quad (I-16)$$

- avec :
- $C_{v \ 2/3}$  énergie de plateau ductile par essais Charpy avec une éprouvette dont l'épaisseur est égale aux deux tiers de l'épaisseur normalisée (J)
  - $\sigma_h$  contrainte circonférentielle nominale à rupture : approximativement égale à  $PR/t$  (MPa)
  - P pression à rupture du tube
  - R rayon du tube (mm)

La précision de cette formule a été estimée à l'aide des résultats de 272 essais d'éclatement de tubes. Les résultats se décomposent en 156 propagations arrêtées et 116 propagations non arrêtées. Le pourcentage total d'erreur de prédiction est de 33,9 % des essais effectués, soit environ un essai sur 3. La formule est cependant conservatrice puisque, dans 27,6 % des cas, on a observé l'arrêt d'une rupture dont la propagation avait été prédite alors que la propagation d'une rupture dont l'arrêt avait été prédit n'a été observé que dans 6,3 % des cas. La garantie fournie n'est donc pas absolue. La précision des autres relations proposées est du même ordre de grandeur. L'arrêt de fissure n'est pas immédiat. On peut réduire la longueur de propagation de fissure avant arrêt en majorant l'énergie nécessaire calculée par l'équation (I-16) par un coefficient de sécurité.

L'utilisation de l'une ou l'autre des formules proposées permet alors de définir la ténacité minimale nécessaire pour arrêter la propagation d'une rupture ductile. Dans le cas où les conditions de service sont très sévères et conduiraient à des valeurs d'énergie de plateau Charpy trop importantes pour être produites industriellement, on peut disposer, à des intervalles réguliers le long de la conduite, des dispositifs d'arrêt de fissure. Une revue de ces dispositifs est par exemple proposée par G. M. Wilkowski [WIL83]. Le plus simple de ces dispositifs est une section de tube à plus forte épaisseur de paroi.

#### **4.3. Discussion : Intérêt et limites de l'approche proposée**

La démarche proposée par l'institut Battelle pour prévenir la rupture d'un oléoduc peut être qualifiée d'approche classique. Elle repose sur deux concepts simples :

- i) il faut imposer que l'acier utilisé ait une température de transition suffisamment basse pour que la rupture du tube soit toujours ductile;
- ii) il faut que la ténacité de l'acier soit suffisante pour que la rupture ne s'amorce que sur des défauts de taille élevée et puisse être arrêtée après s'être propagée sur une distance qui ne soit pas trop importante.

La première garantie est obtenue en imposant une condition sur l'aspect du faciès d'une éprouvette BDWTT rompue à une température imposée. La deuxième garantie impose une énergie de plateau ductile "Charpy" minimum. Il est également possible, moyennant quelques facteurs correctifs, d'utiliser les résultats d'essais Charpy pour imposer la première garantie, ou ceux d'essais BDWTT pour imposer la seconde garantie. Cependant ces définitions alternatives sont peu utilisées par les industriels.

Cette approche, dont les fondements théoriques, tels l'estimation d'un  $K_{Ic}$  à partir de l'énergie de plateau Charpy, sont critiquables présente l'avantage d'être simple. Cette simplicité est nécessaire et tout à fait compatible avec une exigence de sécurité, puisqu'elle repose sur une large plage de résultats expérimentaux et que les concepts proposés ont présidé avec succès à la conception de très nombreux gazoducs et oléoducs.

Ces plans de contrôle sont un guide pour l'ingénieur assurant la conception ou la maintenance d'un oléoduc. Ils doivent donc être facilement applicables par des non-spécialistes de la mécanique de la rupture. Si cet obstacle peut être facilement évité, par exemple par l'intermédiaire d'abaques, un deuxième obstacle plus sérieux à la mise en œuvre d'une démarche aux fondements scientifiques plus assurés est l'effort considérable à y consacrer, tant du point de vue théorique, qu'expérimental. L'éclatement d'un tube est un phénomène dynamique dont la description reste complexe et la plasticité très étendue en pointe de fissure ne facilite pas le choix d'un critère de fissuration pertinent.

En dernier lieu, la réalisation pratique d'un tel plan de contrôle impose l'exécution d'un très grand nombre d'essais. En effet, les quantités d'acier nécessaires à la construction d'un gazoduc sont considérables. Un tube de dimensions courantes (diamètre 1200 mm, épaisseur de paroi 25 mm, longueur 10 m) a une masse de 7,5 tonnes. Une commande d'acier pour oléoducs se chiffre donc en dizaines ou centaines de milliers de tonnes d'acier. Il est indispensable de prévoir un contrôle continu de l'acier produit, ce qui impose le prélèvement et le test d'éprouvettes à intervalles rapprochés.

Ces essais, nombreux, doivent donc être rapides et peu coûteux. Ils doivent de plus être simples à mettre en œuvre, car ils sont effectués en usine. Ces critères sont tout à fait vérifiés par les essais Charpy et BDWTT.

Le fondement expérimental de cette approche, s'il en est l'un des principaux avantages, est aussi un inconvénient majeur. Il est tout à fait illusoire de vouloir extrapoler les relations utilisées pour la détermination de la ténacité minimale nécessaire en dehors de leur domaine d'établissement. Cette difficulté se pose en particulier pour l'extension de ces relations aux nouveaux aciers à limite d'élasticité élevée X80 et X100. On pourrait alors sous-estimer les ténacités nécessaires; des erreurs d'un facteur 2 ont ainsi été rapportées [KAN91].

## **5. Résumé du chapitre**

La ténacité des aciers faiblement ou moyennement alliés varie fortement avec la température. Cette variation se produit dans un intervalle de températures assez restreint et est associée à un changement de type de rupture qui est fragile à basse température et ductile à haute température. C'est le phénomène appelé "transition fragile/ductile". On définit généralement une température de transition qui permet de séparer les domaines de faible et forte ténacités. Une élévation de la vitesse de sollicitation ou de la triaxialité du champ des contraintes jouent le même rôle qu'un abaissement de la température.

Ce phénomène de transition est caractérisé à l'aide d'essais de ténacité par choc, tels que l'essai BDWTT. Ces essais permettent de définir aisément une température de transition. Cependant la température ainsi définie dépend de l'essai utilisé.

Les aciers pour tôles à tubes doivent réaliser un bon compromis entre résistance et ténacité. De plus, une bonne soudabilité impose de limiter la teneur en éléments d'addition des aciers utilisés. Les nuances utilisées sont donc des nuances au C, Mn faiblement alliées. Pour ce type de produits, la normalisation la plus utilisée, tant pour la définition des classes d'aciers que pour les méthodes de vérification de leurs propriétés, est celle proposée par l'API.

L'amorçage accidentel d'une fissure dans une conduite ne peut être exclue. En revanche il importe de garantir que celle-ci ne se propagera que sur une distance limitée. Cette garantie est obtenue en vérifiant d'une part qu'on se trouve dans le domaine de température où la ténacité du métal est maximale, d'autre part que ce niveau de ténacité est effectivement suffisant.

Le problème que constitue la propagation à grande vitesse d'une fissure dans un gazoduc en cours d'éclatement est très complexe. Il a été essentiellement abordé à l'aide d'approches expérimentales. Diverses relations permettent de calculer le niveau d'énergie minimal nécessaire au plateau ductile Charpy en fonction des paramètres de service du tube (pression, diamètre, épaisseur de paroi ...) pour éviter la propagation d'une fissure ductile.

On doit également se prémunir contre le risque de fissuration fragile en s'assurant que la température de service de la conduite sera supérieure à la température de transition de l'acier utilisé. Or la température de transition d'un acier dépend des conditions expérimentales dans lesquelles elle a été mesurée. Il a été vérifié expérimentalement que la température de transition mesurée par essais BDWTT est très voisine de celle observée lors d'essais d'éclatement de tubes à l'échelle 1. Cette similitude explique le choix de l'essai BDWTT pour la mesure de la température de transition d'aciers pour tubes de conduites.

## **6. Références bibliographiques du chapitre I**

- [AIS74] AISI Technical Report "*Running shear fractures in line pipe*" Subcommittee of large diameter line pipe producers, 1er Septembre 1974.
- [API78] American Petroleum Institute "*Recommended practice for conducting Drop Weight Tear Tests on line pipe*" API Recommended Practice 5L3 2<sup>o</sup> édition, mars 1978.
- [API90] American Petroleum Institute "*Specification for line pipe*" API Specification 5L 38<sup>o</sup> édition, mai 1990.
- [AST95] "*1995 Annual book of ASTM Standards*" Volume 03.01 ASTM, 1995.
- [BON80] F. Bonomo "*A survey and tentative revision of ductile fracture arrest criteria in pipelines for gas transmission*" International Conference on Analytical and Experimental Fracture Mechanics, Rome, 23-27 juin 1980.
- [BSI91] BSI PD 6493 "*Guidance on methods for assessing the acceptability of flaws in fusion welded structures*", British Standard Institution, 1991.
- [CEN97] Comité Européen de Normalisation du Fer et de l'Acier "*Matériaux métalliques - Essai de chute de masse*" Projet EN10274, TC29/SC9, 1997.
- [EIB74] R. J. Eiber "*Field fracture investigation*" 5<sup>th</sup> Symposium on Line Pipe Research, Pipeline research committee of American Gas Association, Houston, Texas, pp G1-G19, 1974.
- [EIB93-1] R. J. Eiber, T. A. Bubenik, "*Fracture initiation control plan methodology*" Proceedings of the 9th PRC / EPRG Meeting - American Gas Association Ed. Vol. 1, Session 4 Paper 19 pp. 19-1, 19-20, 1993.
- [EIB93-2] R. J. Eiber, T. A. Bubenik, "*Fracture propagation for natural gaz pipeline*" Proceedings of the 9th PRC / EPRG Meeting - American Gas Association Ed. Vol. 1, Session 4 Paper 20 pp. 20-1, 20-31, 1993.
- [FEA80] G. D. Fearnough, D. G. Jones "*Toughness specification for shear fracture arrest in pipelines*" International Conference on Analytical and Experimental Fracture Mechanics, Rome, 23-27 juin 1980.
- [FOL64] Folias E. S. "*The stresses in a cylindrical shell containing an axial crack*" Aerospace Research Laboratories, ARL 64-164, 1964.
- [FRA96] D. François "*Essais de rupture*" Les techniques de l'ingénieur, M126, vol. M 1 II, 1996.
- [GRA87] J. M. Gray, M. Pontremoli "*Metallurgical options for API grade X70 and X80 linepipe*" International Conference Pipe Technology, pp 171-191, Rome 1987.

- [HEN84] M. Henry, B. Marandet, F. Mudry, A. Pineau " *Effets de la température et de la vitesse de chargement sur la ténacité à rupture d'un acier faiblement allié. Interprétation par des critères locaux*" IRSID RE 1133, 1984.
- [ISO95] ISO/ESIS " *Metallic materials - Charpy-V impact test - instrumented test method*" ISO/TC 164/SC4 N183, Draft document, Septembre 1995.
- [KAN91] M. F. Kanninen, C.-P. Leung, P. E. O'Donoghue, T.B. Popelar, G. Buzzichelli, G. Demofonti, L. Rizzi, S. Venzi, S. Cinquetti " *The development of a ductile pipe fracture model*" Joint final report by Southwest Research Institute, Centro Sviluppo Materiali and SNAM to the Pipeline Research committee, 30 Août 1991.
- [MAR82] B. Marandet, G. phelippeau, G. Sanz " *Influence of loading rate on the fracture toughness of some structural steels in the transition regime*" IRSID RE 908, 1982.
- [MAX75] W. A. Maxey, J. F. Kiefner, R. J. Eiber, " *Ductile fracture arrest in gas pipeline*" American Gas Association , N° catalogue L32176, Décembre 1975.
- [SER85] W. L. Server, " *Charpy impact testing*", Metals Handbook, 9<sup>th</sup> Edition, Vol 8, American Society for Metals, 1985.
- [ROS97] M. J. Rosenfeld " *Procedure improves linepipe Charpy test interpretation*" Oil & Gas Journal, pp 40-46, Avril 1997.
- [VOG83] G. H. Vogt et al " *EPRG report on toughness for crack arrest in gas pipelines*", 3R International, 22 pp 99-105, 1983.
- [WIL78] A. D. Wilson " *Comparison of dynamic tear and Charpy V notch impact properties on plate steels*" Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 100, pp 204-211, 1978.
- [WIL83] G. M. Wilkowski et al. " *Design and optimisation of mechanical crack arrestors for pipelines*" NG-18 Report 134 July 1983.



## **CHAPITRE II :**

### **ETUDE EXPERIMENTALE**

#### **Matériaux et résultats BDWTT**



# SOMMAIRE DU CHAPITRE II

<b>1. Introduction .....</b>	<b>II-1</b>
<b>2. Propriétés des aciers étudiés.....</b>	<b>II-1</b>
2.1. Elaboration des tôles.....	II-1
2.1.1. Composition .....	II-1
2.1.2. Conditions de laminage.....	II-2
2.1.2.1. Acier A.....	II-3
2.1.2.2. Acier B.....	II-3
2.2. Microstructures.....	II-3
2.2.1 Acier A.....	II-3
2.2.2 Acier B.....	II-4
2.3. Propriétés mécaniques usuelles.....	II-5
2.3.1. Résultats de traction.....	II-5
2.3.2. Résultats Charpy .....	II-6
2.3.3. Résultats de dureté .....	II-7
<b>3. Installation d'essais BDWTT et conditions expérimentales.....</b>	<b>II-8</b>
3.1. Machine d'essais.....	II-8
3.2. Instrumentation de l'essai BDWTT.....	II-9
3.2.1. Principe.....	II-9
3.2.1.1. Dissipations d'énergie au cours de la rupture de l'éprouvette .....	II-9
3.2.1.2. Expression mathématique de DEC.....	II-10
3.2.2. Effets inertiels.....	II-11
3.2.2.1. Phénomène observé .....	II-11
3.2.2.2. Conséquences sur les mesures de force.....	II-12
3.2.3. Instrumentation utilisée .....	II-13
3.2.4. Estimation de l'erreur de mesure .....	II-13
3.2.4.1. La chaîne de mesure de force.....	II-13
3.2.4.2. La mesure d'énergie par la remontée de la masse .....	II-14
3.2.4.3. Effet des frottements.....	II-15
3.2.5. Application aux résultats expérimentaux.....	II-15
3.2.5.1. Erreur d'offset pour la mesure de $F(t)$ .....	II-15
3.2.5.2. Influence des frottements .....	II-16
3.3. Conditions expérimentales .....	II-17
3.3.1. Mesure de la cristallinité .....	II-17

3.3.1.1. Estimation de la précision de la lecture par l'opérateur .....	II-17
3.3.1.2. Influence de la méthode de mesure imposée par l'API .....	II-17
3.3.1.3. Choix d'une méthode d'évaluation de la cristallinité.....	II-19
3.3.2. Détermination de la température de transition .....	II-19
3.3.3. Choix de l'épaisseur d'éprouvette .....	II-19
<b>4. Résultats des essais BDWTT.....</b>	<b>II-20</b>
4.1. Les courbes force/temps.....	II-20
4.1.1. Allure générale des courbes force/temps.....	II-20
4.1.2. Acier A.....	II-21
4.1.3. Acier B.....	II-21
4.2. Observation des faciès de rupture .....	II-22
4.2.1. Les faciès de rupture usuels .....	II-22
4.2.2. Acier A.....	II-22
4.2.2.1. Observations optiques .....	II-22
4.2.2.2. Microscopie électronique à balayage.....	II-23
4.2.3. Acier B.....	II-24
4.2.3.1. Observations optiques .....	II-24
4.2.3.2. Microscopie électronique à balayage.....	II-24
4.3. Tracé des courbes de transition .....	II-25
4.3.1. Acier A.....	II-25
4.3.2. Acier B.....	II-25
4.4. Comportement particulier de l'acier B .....	II-26
4.4.1. Comportement de l'acier A .....	II-26
4.4.2. Spécificité de l'acier B .....	II-27
<b>Résumé du chapitre II et rappel du problème.....</b>	<b>II-28</b>
<b>Références bibliographiques du chapitre II.....</b>	<b>II-30</b>

# **CHAPITRE II : ETUDE EXPERIMENTALE**

## **Matériaux et résultats BDWTT**

### **1. Introduction**

Les deux aciers étudiés sont deux tôles à tubes produites à la tôlerie forte de GTS Industries à Dunkerque. Leurs propriétés sont décrites dans la première partie de ce chapitre. L'acier A correspond à la spécification X 65 de l'API. C'est un acier en cours de production qui, pour cette étude, servira de nuance de référence vis à vis du comportement BDWTT. L'acier B est un acier expérimental, dont l'industrialisation se heurte à une spécificité de comportement inexplicite pour l'essai BDWTT. Cette spécificité de comportement constitue le sujet de cette étude.

La deuxième partie de ce chapitre consiste en la présentation des moyens et méthodes utilisés pour les essais BDWTT. On a en particulier cherché à identifier et à quantifier les principaux facteurs d'incertitude des mesures effectuées concernant l'évolution de l'effort de rupture au cours de l'essai, de l'énergie totale de rupture et de la cristallinité des faciès de rupture.

Dans une troisième partie, sont rassemblés les résultats expérimentaux obtenus sur les deux aciers A et B. On constate que pour chacun des paramètres étudiés : effort de rupture, énergie de rupture et cristallinité, les deux aciers ont un comportement très différent.

### **2. Propriétés des aciers étudiés**

#### **2.1. Elaboration des tôles**

##### **2.1.1. Composition**

Les analyses sont issues de prélèvements sur le produit fini. Elles sont effectuées par le laboratoire du DMPP (Département Métallurgie Produits Procédés) à SOLLAC-Dunkerque; deux méthodes d'analyse sont utilisées :

##### *- l'Étincelage*

Les éléments présents en relativement grande quantité dans l'acier sont analysés par Spectrométrie à Émission Optique, familièrement appelée étincelage. Les mesures sont précises à 0,001%.

### - l'Analyse en phase gazeuse

Certains éléments d'addition ont une influence importante sur les propriétés de l'acier, même pour des teneurs très faibles. Pour ces éléments, une méthode d'analyse plus précise est nécessaire. Le dosage de C, S et N est donc effectué par analyse en phase gazeuse. Cette méthode d'analyse donne des résultats précis à 0,0001%.

Les résultats d'analyse sont donnés dans le tableau ci-dessous. Les teneurs des différents éléments d'alliage sont indiquées en pourcentage de composition massique.

Tableau II-1 : Composition des aciers étudiés (% massique)

Matériau	C	Mn	Si	Ni	Cu	Nb	V	Ti	S
Acier A	0,0707	1,576	0,257	0,023	0,009	0,038	0,065	0,004	0,0010
Acier B	0,0369	1,341	0,256	0,018	0,007	0,057	0,069	0,003	0,0011

Ca	Al	Cr	P	As	N	Co	Mo	Sn	B
0,0036	0,026	0,019	0,011	0,004	0,0036	0,004	0,001	0,001	0,001
0,0035	0,019	0,015	0,013	0,006	0,0043	0,003	0,002	0,001	0,000

Les deux aciers étudiés sont des aciers microalliés au niobium/vanadium. Lors du laminage de la tôle, ces éléments, tant en solution solide que sous forme de précipités très fins, bloquent la croissance du grain austénitique. On remarque que les teneurs en carbone et manganèse sont plus élevées pour l'acier A que pour l'acier B. Ces deux éléments ont un effet durcissant bien connu et l'acier A devrait être plus dur que l'acier B. Carbone et manganèse exceptés, les compositions des deux aciers sont très voisines.

#### 2.1.2. Conditions de laminage

Les conditions de laminage sont connues grâce aux mesures de contrôle de procédé effectuées en cours de production. Les températures indiquées sont celles pour le milieu de tôle, position approximative des prélèvements.

La température AR3 indiquée est obtenue par la formule (II-1), où C, Mn, Si, Ni représentent la teneur de ces différents éléments d'addition en pourcentage de composition massique :

$$AR3 = 904 - 357 C - 74 Mn + 64 Si - 125 Ni \quad (II-1)$$

Cette formule a été obtenue pour une austénite avec un taux de corroyage de  $4e^1$ , dans le domaine de non recristallisation [GIU88]. On rappelle que le taux de corroyage est le rapport entre l'épaisseur initiale et l'épaisseur finale de la tôle; il quantifie la déformation subie par la tôle au cours de l'opération de laminage.

### 2.1.2.1. Acier A

La Figure II-1 regroupe l'essentiel des informations sur la séquence de laminage pour l'acier A. La tôle a été laminée à l'épaisseur 25 mm à partir d'une brame d'épaisseur 292 mm.

Un schéma de laminage à trois phases est effectué. Du point de vue métallurgique, la première phase de laminage, effectuée à haute température, a peu d'influence sur les propriétés de la tôle car la recristallisation de l'austénite est très rapide. Pour cet acier,  $AR3 = 774^\circ C$ . La deuxième phase de laminage se fait dans le domaine de non recristallisation de l'austénite, tandis que la troisième phase se fait dans le domaine ferritique. On parle alors de laminage intercritique. Les taux de corroyage appliqués sont : 2<sup>ème</sup> ph 3,87 e; 3<sup>ème</sup> ph 1,37 e. Après laminage, les tôles sont stockées sur parc et refroidissent à l'air. Deux prélèvements de dimensions 2,5\*2 m découpés en milieu de tôle ont été utilisés pour cette étude.

### 2.1.2.2. Acier B

La Figure II-2 regroupe l'essentiel des informations sur la séquence de laminage et de Refroidissement Accéléré Doux (RAD) pour l'acier B. La tôle a été laminée à l'épaisseur 20 mm à partir d'une brame d'épaisseur 250 mm.

Le schéma de laminage effectué est à deux phases.  $AR3 = 806^\circ C$ , la température de fin de laminage est donc supérieure à et la tôle reste toujours dans le domaine austénitique. On parle alors de laminage austénitique. Le taux de corroyage appliqué lors de la deuxième phase est de 4 e. Le laminage est suivi d'un refroidissement accéléré doux. La vitesse de refroidissement est de 14,3 °/s. Deux prélèvements de dimensions 1,83\*2 m découpés en milieu de tôle ont été utilisés pour cette étude.

## 2.2. Microstructures

### **2.2.1 Acier A**

L'acier A étant produit sous forme de tôle de forte épaisseur, on ne peut éviter un gradient de température dans l'épaisseur du produit au cours du laminage, qui se traduit par un léger gradient de structure dans l'épaisseur du produit fini (Figure II-3).

---

<sup>1</sup> Bien que le taux de corroyage soit un nombre sans dimension, le symbole e est toujours utilisé.

La microstructure est ferrito-perlitique avec un taux de perlite de l'ordre de 10 à 15 %. Du fait de l'opération de mise en forme, le plan de laminage est un plan d'orientation préférentielle de la microstructure. Les îlots de perlite sont disposés en alignement parallèles au plan de la tôle. Ces alignements ne sont cependant pas suffisamment continus pour que la microstructure puisse être qualifiée de structure en bandes. Les grains de ferrite présentent également une hérédité d'orientation. Ils sont allongés dans les sens long et travers (Figures II-3 et 4). Ces allongements sont cependant modestes (rapport entre grand et petit diamètre inférieur à 2) et de nombreux grains sont approximativement équiaxes. La taille des grains ferritiques est de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$  et est plus élevée à cœur qu'en peau de tôle. Les microstructures en sens long et en sens travers sont très semblables.

Du point de vue de l'évolution de la microstructure dans l'épaisseur de la tôle, on observe principalement :

- en peau, et jusqu'à une profondeur d'environ 2 mm, les grains de ferrite sont beaucoup plus fins et allongés. Le laminage étant effectué dans le domaine intercritique, la peau de tôle, plus froide, est la zone où la ferrite se forme le plus précocement et peut accumuler de la déformation lors des dernières passes de laminage. On remarque quelques îlots ferrito-perlitiques isolés avec une structure de taille beaucoup plus importante et des grains ferritiques presque équiaxes;

- en quart d'épaisseur de tôle, le taux de perlite est maximum; la perlite forme alors des alignements presque continus;

- à cœur de tôle, le taux de perlite est plus faible et celle-ci se présente sous forme d'îlots alignés. D'autre part, on observe quelques veines de structures de trempe très fines qui caractérisent la ségrégation d'éléments trempants (Figure II-5).

### 2.2.2 Acier B

Pour l'acier B, la structure formée est essentiellement ferritique (Figure II-6). Comme pour le matériau A, la taille de grain augmente de la peau vers le cœur du produit.

On remarque que, du fait de l'opération de laminage, les grains ferritiques sont allongés dans le sens long de la tôle. L'anisotropie est cependant modeste. Elle est à peine perceptible dans le sens travers de la tôle, les grains étant de dimensions similaires dans les directions travers long et travers court. La taille de grain est beaucoup plus hétérogène que pour le matériau A avec coexistence de petits grains (2-5  $\mu\text{m}$ ) et de grains de plus grande taille (10-20  $\mu\text{m}$ ).

On note également des îlots de bainite bas carbone allongés (C : 0,037%). Ces îlots sont plus nombreux au centre de la tôle. La densité de ces îlots est également variable suivant le prélèvement étudié. Ces îlots sont constitués de ferrite en aiguilles avec îlots de seconde phase de type carbures qui se situent aux interlattes des lattes de ferrite.

Dans les zones ferritiques des carbures fins, globulaires ou en plaquettes décorent les joints de grains. Ces carbures peuvent prendre la forme de petits îlots, dont il est difficile de préciser la nature exacte en microscopie optique. Pour l'acier B, le carbone (0,037%) présent dans l'acier se retrouve donc sous forme de carbures aux joints de grains ferritiques ou de bainite, alors que pour l'acier A, le carbone (0,071%) se retrouve essentiellement sous forme de perlite. La vitesse de refroidissement élevée (14°C/s) imposée par le traitement de RAD au matériau B, ne permet pas la formation de la structure d'équilibre (ferrite + perlite) observée pour le matériau A avec un refroidissement naturel.

### 2.3. Propriétés mécaniques usuelles

#### 2.3.1. Résultats de traction

Les éprouvettes employées sont des éprouvettes cylindriques de révolution de diamètre 10 mm et de longueur utile 50 mm, centrées sur l'épaisseur de la tôle. Leur géométrie est définie en Figure II-10. La vitesse de déformation utilisée est  $4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ . Par rapport au sens de laminage de la tôle, deux sens de prélèvement sont retenus : les sens long et travers définis en Figure II-9. Les résultats des essais de traction à la température ambiante sont donnés dans le tableau II-2. Pour chaque tôle, 3 éprouvettes ont été testées dans chaque sens.

Tableau II-2 : Propriétés de traction des aciers étudiés (moyenne sur trois essais).

Matériau	R <sub>es</sub> (MPa)	R <sub>ei</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)	Z (%)	A <sub>z</sub>	A <sub>e</sub> (%)
Acier A Sens Travers	518	491	579	25	72	1,55	2,16
Acier A Sens Long	467	451	543	29	76	2,05	2,09
Acier B Sens Travers	501	478	562	30	80	1,23	2,07
Acier B Sens Long *	508	465	551	31	80	1,42	2,39

\* : moyennes sur deux éprouvettes

avec : R<sub>es</sub> limite d'élasticité supérieure      R<sub>ei</sub> limite d'élasticité inférieure  
R<sub>m</sub> résistance à la traction      A allongement à rupture  
Z striction      A<sub>e</sub> longueur du palier de traction  
A<sub>z</sub> anisotropie du faciès de rupture :  $A_z = D1/D2$  ; D1 et D2 étant définis en Figure II-11

Les propriétés mécaniques des deux aciers sont assez semblables. L'acier A est plus dur que l'acier B dans le sens travers, mais moins dur que l'acier B dans le sens long. Les deux aciers présentent un palier nettement marqué, la longueur du palier étant approximativement de 2 %. L'acier A est moins ductile que l'acier B, ce qui peut être observé tant au niveau de l'allongement à rupture que de la réduction de section à rupture ou du rapport Re/R<sub>m</sub>.

On peut enfin remarquer que les faciès de rupture ne sont pas circulaires mais elliptiques, Figure II-11, ce qui traduit une anisotropie des propriétés mécaniques de la tôle. Le petit axe de

l'ellipse est toujours situé dans la direction de l'épaisseur de la tôle. L'anisotropie est plus marquée dans le sens long que dans le sens travers. L'acier A est nettement plus anisotrope, que l'acier B. Ces résultats sont en accord avec les observations microstructurales pour lesquelles l'anisotropie était plus marquée pour l'acier A que pour l'acier B (paragraphe 2.2).

### 2.3.2. Résultats Charpy

Les propriétés mécaniques d'une tôle varient selon la position du prélèvement dans l'épaisseur de la tôle. Ces variations ont deux causes principales. En premier lieu, pendant la coulée des brames, la solidification se fait des faces des brames vers l'intérieur. Certains éléments d'addition ségrègent alors au centre des brames. En second lieu, pendant le laminage de la tôle, il existe un gradient de température dans l'épaisseur. Le traitement thermomécanique subi par le métal et la microstructure résultante ne sont donc pas uniformes dans l'épaisseur (paragraphe 2.2.). Il est donc préférable de prélever les éprouvettes en différentes positions dans l'épaisseur de la tôle.

Usuellement les deux faces de la tôle sont appelées peau et contre-peau de la tôle. Ces noms seront conservés pour préciser la position de nos prélèvements. Pour chaque tôle, trois courbes de transition Charpy ont été tracées avec des éprouvettes prélevées en peau, à cœur et en contre-peau de tôle respectivement. La position schématique des prélèvements est indiquée en Figure II-12.

Les courbes de transition obtenues sont présentées en Figures II-13 et II-14. Pour l'acier A, la dispersion des points expérimentaux est faible. Au contraire pour l'acier B, on note une dispersion plus importante pour les éprouvettes prélevées à cœur et en peau de tôle. Cette dispersion est la plus sensible pour les températures voisines de  $-80^{\circ}\text{C}$  : des énergies de rupture de l'ordre de 20 et 200 J sont conjointement mesurées. La cristallinité est également dispersée et varie entre 30 et 100 %. Pour les éprouvettes prélevées en contre-peau, la dispersion reste modérée.

Le tableau II-3 rassemble les températures de transition des courbes en énergie et en cristallinité et l'énergie de plateau pour chaque série d'éprouvettes.

*Tableau II-3 : Propriétés Charpy des deux aciers*

Tôle	Acier A				Acier B			
Position	Peau	Coeur	C.Peau	Moyen	Peau	Coeur	C.Peau	Moyen
TTAF (°C)	-112	-98	-103	-104	-80	-75	<-110	-88
TTE (°C)	-86	-68	-77	-77	-82	-77	<-110	-90
E Plateau (J)	267	197	280	248	323	287	347	319

Avec : TTAF Température de Transition en Apparence du Faciès : température pour laquelle la cristallinité du faciès de rupture est égale à 50 %.

TTE Température de Transition en Energie de rupture : température pour laquelle l'énergie de rupture est égale à 50 % de l'énergie de plateau.

Il est préférable de raisonner sur les températures de transition en apparence de faciès; en effet la valeur des températures de transition en énergie dépend de l'énergie de plateau mesurée. En moyenne, la température de transition de l'acier A est plus basse d'une quinzaine de degrés Celsius que celle de l'acier B.

Pour l'acier A, l'écart en température de transition entre les différentes conditions de prélèvement reste modeste : de l'ordre d'une quinzaine de degrés Celsius. Pour l'acier B au contraire, les mesures en contre-peau se distinguent des valeurs obtenues pour les deux autres conditions de prélèvement. La différence entre les températures de transition observées est supérieure à 40°C.

Pour les deux matériaux, les énergies au plateau ductile mesurées en peau et en contre-peau sont voisines. Par contre les énergies mesurées à cœur sont nettement plus faibles, en effet du fait des ségrégations, les tôles sont nettement moins propres à cœur. Le niveau ductile de l'acier A est plus faible d'environ 70 J que celui de l'acier B. Il est vraisemblable que cette différence soit due au taux de perlite plus élevé de l'acier A. Les îlots de perlite peuvent en effet servir d'amorce aux cavités ductiles.

### 2.3.3. Résultats de dureté

Pour chacun des deux aciers, deux profils de dureté du type HV 10 dans l'épaisseur de la tôle ont été mesurés sur deux prélèvements distincts .

Pour l'acier A, les résultats sont présentés en Figure II-15. La peau de tôle correspond à la position 0. Trois points situés au voisinage du cœur de tôle se distinguent par une dureté supérieure à celle du reste du nuage de points; ces points correspondent à des ségrégations en cœur de tôle. Ces points exceptés, la dispersion des résultats est faible, sans différence

significative entre les deux prélèvements. On observe un très léger durcissement en peau et en contre-peau de tôle, ce qui, pour une tôle forte, est un phénomène usuel. Les duretés moyennes prenant en compte les 3 points singuliers, sont pour le prélèvement 1 de 190 Hv ( $\sigma = 5$  Hv) et pour le prélèvement 2 de 197 Hv ( $\sigma = 9$  Hv).

Pour l'acier B, les résultats sont présentés en Figure II-16. La dispersion des résultats est très faible, sans différence significative entre les deux échantillons. On note, comme pour l'acier A, un très léger durcissement en peau de tôle. La dureté moyenne pour l'acier B est de 203 Hv ( $\sigma = 4$  Hv) soit environ de 10 Hv supérieure à celle de l'acier A.

### **3. Installation d'essais BDWTT et conditions expérimentales**

#### **3.1. Machine d'essais**

Les essais BDWTT sont effectués sur le mouton pendule du Département Métallurgie Produits Procédés à Dunkerque. La masse du pendule est de 504 kg, sa hauteur de chute de 2,86 m. L'énergie potentielle initiale de la masse est donc de 14150 J. La vitesse théorique d'impact du pendule est de  $7,5 \text{ ms}^{-1}$ ; elle est nettement supérieure à la vitesse minimale imposée par la norme API ( $4,88 \text{ ms}^{-1}$ ).

L'installation d'essais est présentée en Figure II-17. Le mouton pendule est situé à l'intérieur d'une grille de protection, il est commandé de l'extérieur de la grille, par l'intermédiaire d'un automate. La mise en position de l'éprouvette sur l'enclume s'effectue grâce à un convoyeur automatique alimenté par l'opérateur depuis le poste de commande.

L'installation est complétée par des bacs thermostatés qui permettent de mettre à température les éprouvettes. Les bains sont agités, ce qui permet de limiter à  $\pm 2^\circ\text{C}$  les gradients de température en leur sein. En pratique, les essais sont toujours effectués à des températures inférieures à la température ambiante. La durée de mise en température des éprouvettes est fonction de leur épaisseur. On utilise un temps de maintien de 2 minutes par millimètre d'épaisseur. Pour les épaisseurs de 10 à 20 mm qui ont été testées, le maintien en température est donc plus long que celui proposé par l'API (15 minutes pour les éprouvettes d'épaisseur inférieure ou égale à 19 mm et 30 minutes pour les éprouvettes d'épaisseur supérieure).

Grâce au convoyeur automatique, il est possible de casser l'éprouvette dans un intervalle de temps très court après l'avoir sortie du bain réfrigéré. Il a été démontré qu'il est possible de respecter les prescriptions de l'API en cassant l'éprouvette moins de 10 s après l'avoir sortie du bain thermostaté.

L'énergie de rupture de l'éprouvette est calculée à partir de la mesure de l'angle de remontée du pendule. Cette mesure est faite sur un cadran mécanique dont l'aiguille est entraînée par le mouvement du pendule.

### **3.2. Instrumentation de l'essai BDWTT**

#### **3.2.1. Principe**

La difficulté de mesure de l'énergie effectivement dissipée par la rupture de l'éprouvette au cours d'un essai de flexion trois points dynamique fait que cette énergie est généralement estimée en mesurant l'énergie perdue par le marteau en mouvement; l'équivalence de ces deux grandeurs n'est cependant pas parfaite, et sera discutée au paragraphe 3.2.2.1.

Pour mesurer l'énergie cédée par la masse au cours de la rupture de l'éprouvette, il est nécessaire d'instrumenter l'essai BDWTT. Le mouvement du marteau étant un mouvement à un seul degré de liberté, une seule variable suffit à le caractériser complètement. La grandeur la plus couramment mesurée est l'effort au point de contact du marteau avec l'éprouvette, mais d'autres types d'instrumentation ont également été utilisées. Une mesure de déplacement du marteau par laser, donc par dérivation de sa vitesse, a par exemple été utilisée par Fontaine [FON 90].

##### **3.2.1.1. Dissipations d'énergie au cours de la rupture de l'éprouvette**

L'énergie perdue par le pendule au cours du choc avec l'éprouvette,  $\Delta E_C$ , ne correspond pas exactement à l'énergie nécessaire pour faire se propager la fissure. Pour Ireland [IRE74] cinq phénomènes distincts participent à la dissipation de l'énergie cinétique du pendule.  $\Delta E_C$  s'écrit alors :

$$\Delta E_C = E_A + E_F + E_I + E_{MV} + E_{ME} \quad (\text{II-2})$$

avec :	$E_A$	énergie cinétique de l'éprouvette
	$E_F$	énergie consommée pour la propagation de fissure
	$E_I$	énergie consommée par l'indentation de l'éprouvette au droit des points d'appui
	$E_{MV}$	énergie dissipée par les vibrations parasites de la machine d'essais
	$E_{ME}$	énergie élastique emmagasinée par la machine d'essais

Cette relation est vraie à tout instant du choc, mais l'importance relative des différents termes varie. En fin de choc, on fait usuellement l'approximation  $\Delta E_C \approx E_F$ . Cette approximation est-elle effectivement justifiée?

$E_A$  peut être évaluée en admettant, comme le fait Ireland, que la vitesse de l'éprouvette après le choc est égale à la vitesse du marteau :

$$E_A = \frac{1}{2} m_E V_E^2 \approx \frac{1}{2} m_E V_M^2 \quad (\text{II-3})$$

avec :  $M_E$       masse de l'éprouvette (kg)  
 $V_E$       vitesse de l'éprouvette (m/s)  
 $V_M$       vitesse du marteau (m/s)

Dans le cas présent :  $V_M = 7,5$  m/s,  $M_E = 2,35$  kg pour une éprouvette d'épaisseur 13 mm, et  $M_E = 3,62$  kg pour une éprouvette d'épaisseur 19 mm.  $E_A$  est donc égale à 65 J pour l'épaisseur de 13 mm et à 95 J pour l'épaisseur de 19 mm. Cette approximation est assez grossière, mais pour pouvoir déterminer plus précisément  $E_A$ , il serait nécessaire de connaître précisément la vitesse des demi-éprouvettes après le choc. Remarquons simplement que pour une rupture fragile, les énergies  $\Delta E_C$  mesurées sont de l'ordre de 500 à 700 J. Pour ces faibles énergies de rupture,  $E_A$  n'est donc pas négligeable devant  $\Delta E_C$ .

$E_{ME}$  peut être calculée par la relation (II-4). Cependant, du point de vue expérimental, la mesure de la complaisance de la machine d'essais est difficile.

$$E_{ME} = \frac{1}{2} F(t)^2 \cdot C_M \quad (\text{II-4})$$

avec :  $C_M$       complaisance de la machine d'essais (m/N)  
 $F(t)$       effort appliqué à l'éprouvette (N)

$E_{ME}$  est une énergie dissipée de façon élastique.  $E_A$  et  $E_{MV}$  peuvent être reliées à la vitesse du marteau ou à l'effort de rupture, et varient peu, que l'éprouvette ait une forte ou une faible ténacité. Les négliger n'introduira d'erreur sensible sur la mesure de l'énergie de rupture que pour des éprouvettes de faible ténacité (cas d'une rupture fragile).

En revanche, on peut vérifier expérimentalement que la taille de la zone plastifiée au voisinage des points d'appui de l'éprouvette est approximativement proportionnelle à la taille de la zone plastique engendrée par la fissure.  $E_I$  n'est donc jamais négligeable devant  $E_F$ . Cette grandeur pourrait si nécessaire être évaluée par un calcul par éléments finis.

On retiendra que la mesure de l'énergie perdue par le pendule ( $\Delta E_C$ ) surestime l'énergie nécessaire pour rompre l'éprouvette ( $E_F$ ). Pour les faibles énergies de rupture, cette approximation conduit à une surestimation non négligeable de la ténacité effective de l'éprouvette. Pour nos résultats expérimentaux, cet écart sera mis en évidence au paragraphe II 3.2.5.2 et en Figure II-21.

### 3.2.1.2. Expression mathématique de $\Delta E_C$

Pour un mouton-pendule qui frappe l'éprouvette au point le plus bas de sa course, on peut négliger les variations d'énergie potentielle dues à une variation d'altitude au cours du choc. La

variation d'énergie du marteau au cours du choc s'exprime alors comme une variation d'énergie cinétique :

$$\Delta E_C = E_{M0} - E_{M1} \quad (\text{II-5})$$

avec :  $\Delta E_C$  énergie dépensée au cours du choc  
 $E_{M0}$  énergie cinétique du marteau avant le choc  
 $E_{M1}$  énergie cinétique du marteau après le choc

Si on néglige l'inertie des bras du marteau, l'équation (II-5) peut s'écrire :

$$\Delta E_C = \frac{1}{2} M_M (V_{M0}^2 - V_{M1}^2) \quad (\text{II-6})$$

avec :  $M_M$  masse du marteau  
 $V_{M0}$  vitesse du marteau avant le choc  
 $V_{M1}$  vitesse du marteau après le choc

Au cours du choc, le théorème de la quantité de mouvement appliqué au marteau s'écrit :

$$\int_0^{t_r} \bar{F}(t) dt = M_M (V_{M0} - V_{M1}) \quad (\text{II-7})$$

avec :  $t_r$  durée du choc.

En combinant les équations (II-7) et (II-8) on obtient finalement :

$$\Delta E_C = \int_0^{t_r} \bar{F}(t) dt \cdot \left( V_{M0} - \frac{1}{2M_M} \int_0^{t_r} \bar{F}(t) dt \right) \quad (\text{II-8})$$

Ce raisonnement, effectué ici pour la durée totale du choc, est également vrai entre deux instants  $t_0$  et  $t_1$  quelconques au cours du choc. On peut donc calculer  $\Delta E_C$  à tout instant par une méthode dont la précision dépend principalement de la mesure de  $F(t)$ , ce dont on discutera aux paragraphes 3.2.2. et 3.2.4.

### 3.2.2. Effets inertiels

#### 3.2.2.1. Phénomène observé

Le début de l'enregistrement de la courbe force/temps lors d'un essai de flexion trois points dynamique présente des oscillations approximativement périodiques. Ce phénomène a clairement été mis en évidence par Venzi et al [VEN70]. Ces auteurs ont simultanément mesuré la force exercée par le marteau, les réactions aux appuis, et le moment de flexion de

l'éprouvette. La position des points de mesure et un exemple d'enregistrement sont donnés en Figure II-18.

Il est manifeste que l'évolution au cours du temps des efforts mesurés est différente. Les efforts mesurés au niveau du marteau et des appuis fluctuent de façon importante, approximativement en opposition de phase. En revanche, le moment de flexion mesuré au niveau de l'éprouvette croît de façon beaucoup plus régulière. Pourquoi les efforts mesurés en ces différents points évoluent-ils de façon si différente?

L'éprouvette initialement au repos est mise en mouvement sous l'impact du marteau. Pour qu'elle puisse acquérir la quantité de mouvement nécessaire, la résultante des efforts extérieurs est nécessairement non nulle au début du choc.

L'établissement du régime stable de flexion trois points n'est donc pas immédiat. On observe une phase transitoire, au cours de laquelle l'éprouvette se comporte essentiellement comme un oscillateur harmonique à plusieurs modes, ce qui explique les fluctuations périodiques des courbes d'effort. On peut, pour plus de détails, se référer à la description très complète de cette phase transitoire faite par C. Bacon [BAC93].

En résumé, en conditions dynamiques, les phénomènes inertiels perturbent l'établissement de la sollicitation en flexion trois points. Sur la courbe force/temps mesurée au niveau du marteau, une onde transitoire sinusoïdale fortement amortie vient se superposer au chargement de flexion trois points. Au début du choc, l'effort exercé par le marteau sur l'éprouvette n'est donc pas représentatif de la sollicitation subie par celle-ci.

### 3.2.2.2. Conséquences sur les mesures de force

Si la durée de l'essai est courte, il faut tenir compte des phénomènes inertiels. Cependant les fluctuations de charge sont rapidement amorties. On retient généralement que seules les trois premières oscillations influencent de façon significative la mesure de force. La période de ces oscillations peut être calculée à partir de la formule (II-9) [IRE77] :

$$\tau = 1,68 \frac{S}{C_0} \sqrt{\frac{BC_E WE}{S}} \quad (\text{II-9})$$

avec :	$\tau$	période des oscillations	B	épaisseur de l'éprouvette
	S	distance entre appuis	W	largeur de l'éprouvette
	$C_E$	complaisance de l'éprouvette	E	module d'Young
	$C_0$	vitesse du son dans le matériau		

Pour une éprouvette Charpy en acier, de dimensions normalisées,  $\tau$  est de l'ordre de 30  $\mu\text{s}$ . Pour une éprouvette BDWTT de 12,7 mm d'épaisseur,  $\tau$  est de l'ordre de 140  $\mu\text{s}$  [SHI85].

On retiendra qu'on ne doit prendre en compte les phénomènes inertiels que lorsqu'on s'intéresse à des chocs très courts.

### 3.2.3. Instrumentation utilisée

La mesure de l'évolution de l'effort appliqué à l'éprouvette est effectuée par mesure des déformations élastiques du nez du marteau. Cette mesure est réalisée avec des jauges de déformation montées en pont de Wheatstone complet. Deux jauges sont collées de chaque côté du nez du marteau, les axes des jauges étant l'un dans le sens horizontal, l'autre dans le sens vertical. Cette disposition permet de s'affranchir des efforts de flexion du marteau, et de la dérive thermique des jauges.

Le début de l'enregistrement est déclenché quelques millisecondes avant le début du choc, par le passage du marteau devant une cellule infrarouge. Après amplification, les signaux sont recueillis sur un oscilloscope numérique à mémoire (Figure II-19).

Cette chaîne de mesure, très simple, ne pose aucun problème de mise en œuvre. Il faut simplement vérifier que sa dynamique est suffisante pour l'enregistrement d'un signal de fréquence élevée : la bande passante du système de mesure est de 100 kHz, valeur conforme à celle préconisée par un projet de norme européen sur l'instrumentation de l'essai Charpy [ISO 95].

Le marteau et la chaîne de mesure d'effort ont été calibrés statiquement sous presse jusqu'à une charge de 400 kN.

### 3.2.4. Estimation de l'erreur de mesure

La méthode la plus simple pour vérifier la précision des mesures effectuées consiste à calculer l'énergie de rupture à partir de la mesure de force et à comparer cette valeur à celle mesurée à partir de la remontée de la masse du pendule. Il faut en premier lieu quantifier les sources d'erreur liées aux deux méthodes de mesure.

#### 3.2.4.1. La chaîne de mesure de force

La précision de la détermination de  $\Delta E_C$  à l'aide de la formule (II-8) dépend de la précision des mesures de  $V_{M0}$  et  $F(t)$ .  $V_{M0}$  est estimé à partir de la relation (II-10) :

$$V_{M0} = \sqrt{2gh_0} \quad (\text{II-10})$$

avec :  $h_0$  hauteur de chute du marteau.

Pour une machine d'essais correctement calibrée, l'erreur commise sur la mesure de  $V_0$  est inférieure à 2 % [IRE74].

La sensibilité de la chaîne de mesure d'effort utilisée est de 3 kN. Les efforts maximaux enregistrés sont de l'ordre de 270 kN. La mesure de force est donc au mieux précise à 1%. Le principal facteur d'erreur provient de l'endommagement local du nez du marteau sous l'effet des chocs répétés auquel il est soumis. Cette dérive ne peut être estimée qu'a posteriori.

### 3.2.4.2. La mesure d'énergie par la remontée de la masse

La mesure d'énergie par remontée de la masse est une méthode simple et fiable. L'énergie potentielle perdue par le marteau,  $\Delta E_P$ , peut être déterminée à partir des hauteurs maximales du marteau avant et après impact :

$$\Delta E_P = M_M g (h_0 - h_1) \quad (\text{II-11})$$

avec :  $h_0$  hauteur initiale du marteau  
 $h_1$  hauteur de remontée du marteau

En pratique on mesure  $\theta$ , l'angle maximal de remontée de la masse après le choc. La formule (II-11) s'écrit alors :

$$\Delta E_P = M_M g [h_0 - L_b (1 - \cos \theta)] \quad (\text{II-12})$$

avec :  $L_b$  longueur du bras du mouton-pendule  
 $\theta$  angle de remontée du marteau

La principale source d'erreur est l'erreur de lecture sur le cadran de mesure. Elle est de  $\pm 0,5^\circ$  pour un cadran gradué tous les degrés angulaires. L'erreur commise sur la mesure de l'énergie de rupture est alors donnée par la formule (II-13) :

$$\delta E_P = M_M g L_b \cdot (\cos \theta - \cos(\theta \pm 0,5)) \quad (\text{II-13})$$

avec :  $M_M$  masse du pendule (504 kg)  
 $g$  accélération du champ de pesanteur terrestre ( $9,81 \text{ m.s}^{-2}$ )  
 $L_b$  distance entre axe de rotation et centre de percussion du pendule (1,700 m)  
 $\theta$  angle de remontée du pendule (degrés angulaires)

L'erreur absolue maximale est commise lorsque l'angle de remontée du pendule est égal à  $90^\circ$ ; elle est alors de 73 J, pour une énergie mesurée de 5730 J (erreur relative de 1,5%). L'erreur relative maximale est commise lorsque le pendule remonte à l'angle maximal ( $133^\circ$  pour notre installation); l'erreur de mesure commise est alors de 54 J, alors qu'en pratique les plus faibles énergies mesurées sont de l'ordre de 500 J, soit une erreur relative d'environ 10 %.

### 3.2.4.3. Effet des frottements

$\Delta E_C$  et  $\Delta E_P$  ne sont pas strictement égales; en effet, il faut aussi prendre en compte l'énergie dissipée par frottements ou vibrations pendant la course du marteau en dehors de l'interaction avec l'éprouvette,  $E_D$  :

$$\Delta E_P = \Delta E_C + E_D \quad (\text{II-14})$$

Cependant  $E_D$  est généralement faible devant  $\Delta E_C$  et peut être négligée. Pour Ireland, la mesure de  $\Delta E_C$  peut être considérée comme fiable lorsque  $\Delta E_C/\Delta E_P = 1,00 \pm 0,04$ . Si cette condition n'est pas vérifiée, on doit ajuster la calibration de la chaîne de mesure et donc la valeur de  $\Delta E_C$ , pour rétablir l'égalité. C'est la procédure de calibration dynamique de la chaîne de mesure. On peut également mesurer  $E_D$  en effectuant un essai à vide.

### **3.2.5. Application aux résultats expérimentaux**

Pour terminer l'estimation de l'erreur commise sur la mesure de l'énergie de rupture, il est nécessaire de traiter les enregistrements force/temps obtenus à l'aide du dispositif expérimental utilisé.

#### 3.2.5.1. Erreur d'offset pour la mesure de $F(t)$

Après chaque choc, on remarque que  $F(t)$  ne reprend pas exactement la valeur nulle : la force mesurée reste toujours légèrement positive (Figure II-20). Il est vraisemblable que cet écart est dû à une plastification du nez du marteau lors de chaque choc. L'influence de cette erreur d'offset sur la mesure de l'énergie de rupture doit donc être évaluée.

Comme la courbe  $F(t)$  ne retrouve jamais une valeur nulle, il faut en premier lieu définir l'instant  $t_r$ , correspondant à la fin du choc, à partir duquel on arrête l'intégration de  $F(t)$ . Les petites fluctuations de la courbe sont lissées en calculant la valeur moyenne du signal sur un intervalle de 2 ms. L'instant  $t_r$  est celui où cette courbe prend une valeur constante  $V$ .

La valeur de l'erreur d'offset à la fin du choc est donc connue, mais on ignore comment cette erreur évolue au cours du choc. Dans le calcul de  $\Delta E_C$  par la formule (II-8) la valeur de  $F(t)$  peut être corrigée de trois façons différentes pour compenser l'erreur observée :

- en négligeant l'influence de cette erreur, on calcule l'intégrale  $\int_0^{t_r} \bar{F}(t) dt$ .

- en considérant que l'erreur est constante et qu'elle affecte l'ensemble du signal, alors la valeur du signal corrigé de l'erreur est  $F(t) - V$  et on calcule l'intégrale  $\int_0^{t_r} (F(t) - V) dt = \int_0^{t_r} \bar{F}(t) dt - V t_r$ .

- en considérant que l'erreur sur la valeur du signal croît de façon linéaire au cours du choc, alors la valeur du signal corrigé de l'erreur est  $F(t) - Vt/t_r$  et on doit calculer l'intégrale  $\int_0^{t_r} (F(t) - Vt/t_r)dt = \int_0^{t_r} \bar{F}(t)dt - Vt_r/2$ .

On admet que la meilleure correction de l'erreur d'offset  $V$  est celle qui minimise la différence entre  $\Delta E_C$  et  $\Delta E_P$ . Ces deux grandeurs ont été comparées pour 23 courbes expérimentales. Une synthèse de cette comparaison est présentée au tableau II-4.

*Tableau II-4: Corrélation entre les deux méthodes de mesure de l'énergie de rupture en fonction du type d'estimation de l'effort de rupture (par remontée du pendule et mesure de l'effort de rupture).*

Type d'estimation de l'effort	$\Delta E_C/\Delta E_P$ moyen	Ecart type sur $\Delta E_C/\Delta E_P$
F(t)	1,045	0,022
F(t) - V	0,963	0,045
F(t) - Vt/t <sub>r</sub>	1,004	0,027

Il est clair que la troisième correction est la correction optimale à apporter à la mesure de F(t). Compte tenu de cette correction, la corrélation entre  $\Delta E_C$  et  $\Delta E_P$  est bonne à 3% près. La chaîne de mesure est donc correctement calibrée. Les rapports  $\Delta E_C/\Delta E_P$  correspondants sont présentés en Figure II-21.

### 3.2.5.2. Influence des frottements

Dans le cas des chocs de faible énergie, l'hypothèse  $\Delta E_C \approx \Delta E_P$  n'est plus vérifiée. En prenant en compte l'erreur de lecture du pendule et l'énergie dissipée par le pendule en dehors du choc lui même, on peut écrire :

$$\Delta E_P + \delta E_P = \Delta E_C + E_D \quad (\text{II-15})$$

soit 
$$\Delta E_C = \Delta E_P + \delta E_P - E_D \quad (\text{II-16})$$

avec :  $\delta E_P$       erreur de lecture sur  $\Delta E_P$   
 $E_D$             énergie dissipée par frottement pendant la course du marteau en dehors de la période d'interaction avec l'éprouvette.

$\delta E_P$  est estimé à partir de la formule (II-13). On peut estimer la valeur de  $E_D$  en effectuant un essai à vide. On dissipe dans ce cas une énergie de 120 J. Ces valeurs ont été utilisées pour tracer les deux courbes en pointillés tracées sur la Figure II-21 qui traduisent graphiquement la relation (II-16). L'écart relatif entre les deux méthodes de mesure devient très important pour les faibles énergies de rupture : il peut atteindre 20 % pour une énergie de rupture de 1000 J.

Pour les faibles énergies, la relation (II-16) permet d'expliquer la différence entre  $\Delta E_C$  et  $\Delta E_P$  observée expérimentalement.

### **3.3. Conditions expérimentales**

#### **3.3.1. Mesure de la cristallinité**

Chez SOLLAC, l'évaluation de la cristallinité de l'éprouvette est faite à l'œil par l'opérateur, suivant la méthode de l'API, qui ne prend en compte que la partie centrale du faciès de rupture, (chapitre I, paragraphe 2.3.3).

Il convient alors de se poser la question suivante : cette méthode d'évaluation est-elle suffisamment représentative de la cristallinité du faciès de rupture? Pour répondre à cette question il est tout d'abord nécessaire de déterminer la cristallinité du faciès de rupture de façon plus précise. La cristallinité a été déterminée sur une photographie du faciès de rupture en utilisant une méthode de planimétrie simplifiée : cette méthode, décrite en annexe A2, permet de mesurer la cristallinité avec une précision de  $\pm 5\%$ . Ceci permet alors d'estimer la précision de la lecture visuelle effectuée par l'opérateur et l'influence de la définition de la cristallinité restreinte à la seule partie centrale du faciès de rupture comme proposé par l'API.

##### **3.3.1.1. Estimation de la précision de la lecture par l'opérateur**

Pour estimer cette précision, la valeur lue par l'opérateur est comparée à la valeur de cristallinité déterminée par planimétrie sur la partie centrale du faciès de rupture. Ces résultats sont présentés en Figure II-22; ils regroupent les mesures effectuées sur 43 faciès de rupture.

La droite 1:1 est tracée en trait plein, les limites de la bande de dispersion à  $\pm 15\%$ , en traits pointillés. L'erreur de lecture commise par l'opérateur est inférieure à 10 %, pour 74 % des faciès de rupture étudiés. Elle est inférieure à 15 % pour 93 % d'entre eux, mais peut atteindre 25 % pour quelques faciès dont l'évaluation est difficile. Dans ces cas précis, l'opérateur rencontre généralement des difficultés pour distinguer la rupture fragile de la rupture ductile. Il s'agit donc d'une erreur d'identification et non de planimétrie.

##### **3.3.1.2. Influence de la méthode de mesure imposée par l'API**

La méthode de mesure de la cristallinité imposée par l'API ne prend en compte que la portion centrale du faciès de rupture. Cette restriction est justifiée par l'API en raison du fort écrouissage au voisinage de l'entaille et du point d'impact du marteau. Cet argument est discutable. D'une part, une éprouvette présentant une plage de rupture fragile limitée au voisinage de l'entaille sera évaluée comme présentant un faciès de rupture totalement ductile, alors que sa ténacité est en réalité plus faible que celle d'une éprouvette présentant effectivement un tel faciès. D'autre part, l'interaction entre la fissure fragile, qui s'est amorcée sur l'entaille de

l'éprouvette, et la zone plastifiée par le marteau, n'a que rarement lieu. En effet, lorsque la cristallinité est faible, la fissure ne se propage pas suffisamment pour atteindre cette zone plastifiée. Lorsque la cristallinité est élevée, l'énergie de rupture est usuellement faible et la taille de la zone plastifiée est limitée.

Enfin, plus l'éprouvette est épaisse et plus la portion du faciès de rupture estimée est réduite. Pour les éprouvettes d'épaisseur supérieure ou égale à 19 mm, la surface estimée ne représente plus que 46 % de la surface totale du faciès de rupture. Il y a donc une perte d'information assez importante.

Pour évaluer l'influence de cette méthode de mesure, les résultats de planimétrie seront à nouveau utilisés. Les mesures effectuées selon les recommandations de l'API sur la partie centrale du faciès de rupture seront comparées aux mesures faites sur la totalité du faciès. Les résultats obtenus pour 47 éprouvettes d'épaisseurs comprises entre 10 et 19 mm sont présentés en Figure II-23. Pour faciliter la comparaison, la droite 1:1 a également été portée sur le graphique.

Sur l'ensemble des valeurs présentées, l'écart entre les deux méthodes de mesure est inférieur à 10 % dans 77 % des cas. Il est au maximum égal à 16 %. Cependant cet écart dépend du niveau de cristallinité. Pour les cristallinités inférieures à 30 %, la cristallinité API est plus faible que la cristallinité totale : l'écart est en moyenne de 9 %. Au contraire pour les cristallinités supérieures à 60 %, la cristallinité API est plus élevée que la cristallinité totale : l'écart est alors en moyenne de 3,5 %. Pour des cristallinités comprises entre 30 % et 60 %, les deux valeurs mesurées sont équivalentes : l'écart moyen est de 0,5 %.

Ces écarts se comprennent aisément si l'on considère l'aspect du faciès de rupture schématisé en Figure II-24. Pour les faibles cristallinités, l'estimation selon l'API supprime la majorité des surfaces cristallines; pour les fortes cristallinités, l'estimation selon l'API supprime la majorité des aires ductiles. En fait, la méthode d'estimation de l'API écrase les valeurs extrêmes. Elle masque donc une partie des informations que l'on peut obtenir par l'évaluation du faciès de rupture complet. Cet effet est surtout sensible pour les cristallinités inférieures à 30 %.

En conséquence, une courbe de transition tracée d'après l'API aura une pente plus forte que celle tracée en estimant la cristallinité sur la totalité du faciès de rupture. L'écart entre les températures de transition déterminées par les deux méthodes dépendra du critère utilisé pour déterminer cette température. L'écart est notable avec le taux de 15 % de cristallinité proposé par l'API. Il est négligeable si on utilise une température de transition définie à 50 % de cristallinité.

### 3.3.1.3. Choix d'une méthode d'évaluation de la cristallinité

Bien que la méthode d'évaluation proposée par l'API conduise apparemment à une perte d'information, on choisit d'effectuer les mesures de cristallinité en se pliant à cette méthode : en effet, d'une part l'écart entre les deux méthodes de mesure est du même ordre de grandeur que l'erreur de lecture effectuée par l'opérateur, d'autre part la méthode d'évaluation de l'API est employée de façon systématique, dans le cadre industriel où s'inscrit ce travail.

Dans l'intervalle de température correspondant à la transition, les valeurs de la cristallinité sont, pour une même température, assez dispersées. Ceci conduit à effectuer plusieurs essais par température. On peut donc accepter l'erreur de lecture de l'opérateur qui n'est pas supérieure à la dispersion des résultats et il n'est pas nécessaire d'évaluer de façon systématique la cristallinité par planimétrie.

Dans toute la suite du texte les résultats de cristallinité présentés seront, sauf mention contraire, ceux déterminés visuellement par l'opérateur suivant la méthode de l'API.

### **3.3.2. Détermination de la température de transition**

La définition d'une température de transition n'est pas unique. Plusieurs définitions peuvent être adoptées selon l'usage que l'on désire faire de cette mesure (chapitre I, paragraphe 2.2.3). Pour les essais BDWTT, la température pour laquelle la cristallinité du faciès de rupture est égale à 15 % est très largement employée (chapitre I, paragraphe 4.1.2). La température de transition définie à 50% de cristallinité est parfois utilisée [NOZ81]. Cette définition permet d'indiquer, en terme de cristallinité, le "milieu" de l'intervalle de température correspondant à la transition; elle sera utilisée dans ce travail.

### **3.3.3. Choix de l'épaisseur d'éprouvette**

La capacité du mouton pendule utilisé dans cette étude est doublement limitée : en premier lieu par l'énergie d'impact disponible, en second lieu par l'épaisseur maximale des éprouvettes admissibles soit 19 mm (3/4"). Etant donné l'épaisseur des produits industriels étudiés, (25 mm pour l'acier A et 20 mm pour l'acier B), il est nécessaire de réduire l'épaisseur des éprouvettes.

Pour l'acier B ( $e=20$  mm), une série d'essais préliminaires a conduit à retenir l'épaisseur de 13 mm. Appliquer la même réduction d'épaisseur au matériau A ( $e=25$  mm) reviendrait à ne conserver qu'une fraction assez faible de la tôle initiale. Plutôt que d'utiliser la même épaisseur d'éprouvette pour les deux matériaux, on préfère utiliser dans chaque cas l'épaisseur maximale possible. Pour l'acier A, les essais sont donc conduits avec une épaisseur d'éprouvette de 19 mm.

Pour les deux aciers, la réduction d'épaisseur est obtenue par fraisage de la tôle sur une seule face (fraisage simple face). Les résultats présentés en annexes A3 et A5 indiquent néanmoins que la façon d'effectuer la réduction d'épaisseur (fraisage simple ou double face) peut avoir une influence sur le résultat de l'essai BDWTT, en particulier lorsque le produit testé présente une inhomogénéité de structure dans l'épaisseur.

## **4. Résultats des essais BDWTT**

### **4.1. Les courbes force/temps**

#### **4.1.1. Allure générale des courbes force/temps**

Pour une éprouvette présentant un comportement ductile, la courbe force/temps a toujours la même forme, quel que soit le matériau testé (Figure II-25). On observe en premier lieu la mise en charge de l'éprouvette : celle-ci a un comportement globalement élastique et sa réponse au choc est gouvernée par les phénomènes inertiels (ch. II 3.3.2) qui se manifestent ici par un pic lors de la montée en charge.

Le début de la plastification du ligament est marquée par une inflexion nette de la courbe de chargement. L'éprouvette continue ensuite à se plastifier sans propagation de fissure tandis que l'effort mesuré continue à croître. On admet généralement [SER85] que le début de la propagation de fissure correspond à l'instant où l'effort mesuré est maximum. La propagation de fissure s'accompagne d'une décroissance régulière de l'effort mesuré, jusqu'à rupture complète de l'éprouvette. Cette description rapide sera complétée au chapitre III, paragraphe 2.2, par une mesure de la propagation de fissure en cours d'essai.

On peut alors diviser arbitrairement l'essai en deux phases distinctes : une phase d'amorçage de fissure, et une phase de propagation de fissure, que sépare l'instant d'effort maximal. De même, l'énergie consommée peut être divisée en une énergie d'amorçage dépensée avant fissuration et une énergie de propagation dépensée pendant la propagation de fissure [JUN79], [NOZ81], [JUN83]. Cette séparation en deux phases est discutable, car elle fait fi de la continuité de l'endommagement du matériau à l'échelle microscopique; elle est cependant largement utilisée pour interpréter les essais BDWTT. En réalité, en tête de fissure les mécanismes d'endommagement par croissance de cavités sont similaires que la fissure se propage ou non.

Lorsque l'éprouvette présente un comportement de transition, il y a propagation d'une fissure ductile et d'une fissure fragile. La vitesse de propagation d'une fissure fragile est très supérieure à celle d'une fissure ductile. Sur les courbes force/temps, l'amorçage et la propagation d'une fissure fragile se traduisent donc par une chute quasi-instantanée de l'effort mesuré.

### 4.1.2. Acier A

Les courbes force/temps enregistrées pour l'acier A sont présentées en Figure II-26<sup>2</sup>. Le comportement des éprouvettes est globalement ductile pour les trois températures les plus élevées (+20, -20, -40°C). Lorsque la température décroît, l'effort nécessaire pour commencer à plastifier le ligament de l'éprouvette augmente, suivant en cela l'évolution de la limite d'élasticité du matériau. En revanche, la durée totale de l'essai diminue : d'une part, l'effort maximal est atteint plus rapidement, la phase d'amorçage de fissure est plus brève; d'autre part, pendant la propagation de fissure, la décroissance de l'effort mesuré est plus rapide.

A -60 °C, on observe un comportement de transition. L'effort maximal est atteint à la fin de la mise en charge de l'éprouvette : il n'y a pas plastification du ligament avant l'amorçage de fissure. La chute de charge qui accompagne l'amorçage et la propagation de la rupture fragile est peu marquée. La cristallinité de l'éprouvette étant seulement de 10 %, la fissure fragile s'est donc peu propagée.

A la température de -80 °C, le comportement de l'éprouvette est quasi-fragile. La durée de l'essai (0,5 ms) et les niveaux d'effort mesurés (150 kN) sont très faibles.

### 4.1.3. Acier B

Les courbes force/temps enregistrées pour l'acier B sont présentées en Figure II-27. Seule l'éprouvette testée à 20 °C présente un comportement ductile. A cette température, l'allure de la courbe est très voisine de celle observée pour le matériau A. Les niveaux d'effort atteints sont également similaires à ceux mesurés pour l'acier A. En revanche la durée de l'essai, donc par intégration l'énergie de rupture, est nettement supérieure. A température ambiante, la ténacité du matériau B est donc nettement plus élevée que celle du matériau A.

Les trois courbes obtenues entre -20 et -60 °C présentent un comportement de transition. La température de transition de l'acier B est donc supérieure à celle de l'acier A. L'allure de ces trois courbes est semblable. Comme lorsque l'éprouvette a un comportement ductile, la mise en charge de l'éprouvette est suivie d'une phase de plastification à effort croissant. Au moment où l'effort maximal est atteint (à -60 °C) ou peu de temps après (à -20 et -40 °C), on constate une chute très brutale de l'effort mesuré, jusqu'à des niveaux très faibles. La rupture fragile s'amorce donc beaucoup plus tardivement que pour l'acier A.

---

<sup>2</sup> Pour des raisons pratiques, les résultats présentés ici ont été obtenus avec des éprouvettes prélevées dans une autre tôle que celle utilisée dans le reste de l'étude. Cette tôle est cependant issue du même lot industriel. Ses propriétés sont donc très voisines. L'épaisseur d'éprouvette est de 18 mm.

A -80 °C, la courbe force/temps est caractéristique d'un comportement fragile. On retrouve un comportement très similaire à celui du matériau A.

## **4.2. Observation des faciès de rupture**

### **4.2.1. Les faciès de rupture usuels**

L'apparence usuelle des faciès de rupture d'éprouvettes BDWTT est donnée en Figure II-28. On distingue aisément deux types de rupture. La partie rompue de façon fragile apparaît en clair sur la photographie, elle présente approximativement l'aspect d'une demi-ellipse dont le petit axe est appuyé sur l'entaille de l'éprouvette. Lorsque la température décroît, la rupture fragile occupe une partie de plus en plus importante du faciès de rupture. Le reste du faciès est rompu de façon ductile, il est d'apparence plus sombre.

### **4.2.2. Acier A**

#### **4.2.2.1. Observations optiques**

Les faciès de rupture des éprouvettes BDWTT sont présentés en Figure II-29. Sur ces photographies, l'entaille est toujours située à gauche.

Pour le matériau A, l'allure des faciès de rupture est proche de celle décrite en 4.2.1. On observe une poche de rupture fragile contigue à l'entaille. Les chevrons présents sur le faciès permettent de localiser le point d'amorçage de la fissure. Il est toujours situé en fond d'entaille de l'éprouvette.

L'acier A présente cependant deux particularités : la première est la présence de nombreuses délaminations sur le faciès de rupture, la seconde est la dissymétrie des faciès de rupture.

Les délaminations sont des fissures se propageant par clivage parallèlement au plan de la tôle. Ce phénomène est dû à une anisotropie de ténacité de la tôle [LEB77]. La ténacité du plan de laminage est très inférieure à celle du plan de rupture principal. L'état de contraintes en pointe de fissure étant triaxial, la contrainte perpendiculaire au plan de laminage peut s'élever suffisamment pour entraîner une rupture par clivage dans des plans parallèles au plan de laminage concurrentement à la propagation de la fissure principale.

La faible ténacité du matériau dans le plan de laminage résulte de l'allongement des constituants de la microstructure au cours de la mise en forme. C'est dans ce plan que la taille des défauts comme celle du grain ferritique sont maximales. La nocivité des défauts y est donc maximale alors que la ténacité des grains ferritiques y est minimale. En revanche, la nature des défauts est très diverse : inclusions, précipités, interfaces ferrite-perlite. La texture du matériau peut également être invoquée. Il n'y a donc pas de cause unique à l'apparition des délaminations

[LEB77], [JON83], [SUN81]. Du point de vue industriel, ce phénomène se manifeste usuellement lorsque la température de fin de laminage est inférieure au point  $A_{R3}$ .

En ce qui concerne les essais de ténacité, les délaminations se traduisent par une diminution de la triaxialité en pointe de fissure, qui engendre un abaissement de la température de transition et de l'énergie de plateau [MOR75]. Malgré leur aspect spectaculaire, les délaminations sont un phénomène fréquemment observé dans le cas des tôles à tubes mais elles n'influent pas de façon significative sur les propriétés d'emploi. Elles ne constituent donc pas une spécificité du matériau A.

La dissymétrie des faciès de rupture est en revanche un phénomène plus original. Les éprouvettes ayant été ramenées à l'épaisseur de 19 mm par fraisage sur une seule face de la tôle, on constate que la zone de rupture fragile est décentrée vers ce côté de l'éprouvette. On peut donc faire l'hypothèse que le matériau A présente une hétérogénéité de ténacité dans l'épaisseur.

Cette hypothèse a été vérifiée expérimentalement et l'ensemble des résultats correspondants est présenté en annexe A3. Des essais ont été réalisés avec des éprouvettes fraisées sur les deux faces. Les faciès de rupture obtenus sont alors parfaitement symétriques. D'autre part, des mesures par diffraction de rayons X en divers points de l'épaisseur de la tôle ont permis de mettre en évidence une forte texture en peau de tôle. Cette hétérogénéité de propriétés est cependant limitée à une zone d'assez faible épaisseur, de l'ordre de 3 mm.

#### 4.2.2.2. Microscopie électronique à balayage

L'examen visuel des faciès de rupture a permis de mettre en évidence trois éléments principaux : une zone rompue de façon fragile, une zone rompue de façon ductile et des délaminations. L'examen au microscope électronique à balayage permet de préciser les observations visuelles.

La zone macroscopiquement fragile est, du point de vue microfractographique, de type mixte avec clivage très majoritaire<sup>3</sup> (Figure II-30). Les facettes de clivage occupent la presque totalité de la surface rompue. Cependant, on peut observer des ligaments rompus par cisaillement entre des facettes de clivage voisines et des petites plages de rupture à cupules.

Dans la zone macroscopiquement ductile, on observe une double population de cupules circulaires de taille nettement distincte. La première population est constituée de cupules de petite taille ( $<5 \mu\text{m}$ ). Un plus petit nombre de cupules de grande taille, ( $>10\mu\text{m}$ ) sont amorcées par

---

<sup>3</sup> Dans les aciers, les ruptures purement fragiles du point de vue micrographique sont rares et ne sont observées que pour des températures très basses, généralement inférieures à 77K.

des inclusions. Ces inclusions sont des alumino-sulfures de calcium de forme sphéroïdale<sup>4</sup>. Localement les cupules sont allongées lorsque le mode de fissuration présente une composante de cisaillement, par exemple entre deux délaminations, ou dans les lèvres de rupture ductile, de part et d'autre de l'éprouvette.

En ce qui concerne les délaminations, on vérifie aisément que, du point de vue microscopique, le mode de propagation de ces fissures est de type semi-fragile.

Les observations optiques sont donc confirmées par les observations microfractographiques. Les zones classées comme fragiles ou ductiles à l'œil correspondent effectivement à des plages de rupture par clivage ou à cupules.

### **4.2.3. Acier B**

#### **4.2.3.1. Observations optiques**

Les faciès de rupture des éprouvettes du matériau B sont présentés en Figure II-31. Ils sont très différents de ceux observés pour le matériau A. En effet, la zone rompue de façon fragile n'est pas amorcée par l'entaille. La fissuration ductile précède la fissuration fragile. Plus la température d'essai baisse, plus la zone ductile diminue.

Ce type de rupture constitue la spécificité des faciès de rupture du matériau B. On retiendra cependant que pour un petit nombre d'éprouvettes testées, la rupture fragile s'amorce directement en fond d'entaille.

Là encore, on peut noter la présence de délaminations au centre du faciès de rupture. Ces délaminations sont cependant de longueur et profondeur beaucoup plus faible que celles observées pour le matériau A. En revanche, bien que les éprouvettes n'aient été fraisées que sur une seule face, les faciès de rupture restent symétriques.

#### **4.2.2.2. Microscopie électronique à balayage**

Optiquement, trois mécanismes de fissuration ont été observés : des plages de rupture fragile, des plages de rupture ductile, des délaminations. Comme pour le matériau A, l'observation par microscopie électronique à balayage confirme les observations optiques.

---

<sup>4</sup> Le calcium est l'élément qui, dans l'acier liquide, présente la plus grande affinité chimique avec le soufre. Une addition de calcium permet de très efficacement piéger le soufre dans des inclusions sphériques. Lors de l'élaboration du produit, le soufre ainsi piégé ne peut plus former de constituants néfastes aux propriétés d'emploi, tels les sulfures allongés ou les ségrégations aux joints de grains.

Les zones classées à l'œil comme ductiles présentent des faciès de rupture à cupules amorcées sur des inclusions mixtes de même nature (Al, S, Ca) que pour le matériau A (Figure II-32). Les zones classées comme fragiles et les délaminations correspondent à des plages de clivage avec quelques déchirements ductiles locaux (à cupules ou par cisaillement) entre facettes de clivage voisines.

Les observations microfractographiques permettent donc de vérifier d'une part que pour les deux aciers, la lecture de cristallinité est fiable et que les résultats obtenus pour le matériau B ne sont pas attribuables à une erreur d'interprétation des faciès de rupture, et d'autre part que les micromécanismes rencontrés sont bien les mêmes pour les deux aciers. Il n'y a pas, par exemple, rupture fragile intergranulaire dans un cas et transgranulaire dans l'autre cas.

### **4.3. Tracé des courbes de transition**

#### **4.3.1. Acier A**

Les courbes de transition BDWTT en cristallinité et en énergie, pour l'acier A, sont présentées en Figures II-33 a et b. Sur la courbe en cristallinité, la transition d'un comportement quasi-fragile ( $C \geq 90 \%$ ) vers un comportement quasi-ductile ( $C \leq 10 \%$ ) commence à  $-100^\circ\text{C}$  et n'est pas encore complète à  $-40^\circ\text{C}$ . Le domaine des faibles cristallinités ( $0 < C \leq 10 \%$ ) est assez étendu ( $-40 \leq T \leq 0^\circ\text{C}$ ). Pour la courbe en énergie, la transition entre un domaine de basses énergies et un domaine d'énergies élevées se produit dans le domaine de température  $-100^\circ\text{C}/-40^\circ\text{C}$ .

Les résultats expérimentaux sont interpolés pour calculer la température de transition à 50 % de cristallinité. En utilisant la courbe tracée sur la Figure II-33 a), la température de transition obtenue est de  $-57^\circ\text{C}$ . L'énergie de plateau que l'on calcule en faisant la moyenne des énergies de rupture relevées à  $20^\circ\text{C}$  est de 9800 J.

#### **4.3.2. Acier B**

Seuls les résultats obtenus pour une épaisseur d'éprouvette de 13 mm sont présentés dans ce paragraphe. D'autres courbes de transition ont été tracées pour des épaisseurs d'éprouvette de 10, 16 et 20 mm; elles figurent en annexe A5. On y montre que l'épaisseur d'éprouvette influe peu sur la température de transition, elle ne s'élève que de  $-29^\circ\text{C}$  à  $-22^\circ\text{C}$  lorsque l'épaisseur augmente de 10 à 20 mm. En revanche l'effet de l'épaisseur sur l'énergie de rupture est très supérieur au simple effet géométrique, et traduit une modification de l'état de contraintes en pointe de fissure. La dépendance de l'énergie de rupture par rapport à l'épaisseur d'éprouvette peut être exprimée par une loi puissance :

$$E = 72,4 \cdot B^{1,88} \quad (\text{II-17})$$

avec : E énergie de rupture  
B épaisseur d'éprouvette

Les courbes de transition pour l'épaisseur d'éprouvette de 13 mm sont présentées en Figures II-34 a et b. Pour les températures d'essai de  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $-40^{\circ}\text{C}$ , et  $-60^{\circ}\text{C}$ , certains points expérimentaux sont très voisins. Pour distinguer chacun de ces points plus aisément, certains d'entre eux ont été représentés à une température légèrement inférieure à leur température d'essai.

Sur la courbe en cristallinité, la transition d'un comportement globalement fragile à un comportement globalement ductile se produit à des températures plus élevées (entre  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $0^{\circ}\text{C}$ ) que pour l'acier A. La température de transition en cristallinité de l'acier B,  $-22^{\circ}\text{C}$ , est donc plus élevée que celle de l'acier A,  $-57^{\circ}\text{C}$ . Cependant les deux aciers sont totalement ductiles à la même température  $20^{\circ}\text{C}$ .

La courbe de transition en énergie est continûment croissante entre  $-80^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ . La transition en énergie se produit donc sur une plage de température plus large que la transition en cristallinité. L'énergie de plateau calculée à  $20^{\circ}\text{C}$  est de 10500 J. Elle est légèrement supérieure à celle de l'acier A (9800 J) alors que l'épaisseur d'éprouvette est nettement plus faible (13 mm pour l'acier B et 19 mm pour l'acier A). En appliquant la formule (II-17), l'énergie de plateau de l'acier B pour une épaisseur d'éprouvette de 19 mm serait de l'ordre de 21000 J. La résistance à la déchirure ductile de l'acier B est donc nettement supérieure à celle de l'acier A. On retrouve les résultats obtenus par essais Charpy, bien que la différence entre les énergies de plateau des deux aciers soit plus modeste (de l'ordre de 25%).

#### **4.4. Comportement particulier de l'acier B**

##### **4.4.1. Comportement de l'acier A**

Pour mettre en évidence la spécificité du comportement de l'acier B, il faut comparer les courbes de transition en cristallinité et en énergie. Cette comparaison sera tout d'abord faite pour l'acier A, qui est l'acier de référence. Pour cet acier, l'évolution de l'énergie de rupture et de la cristallinité en fonction de la température sont présentées sur un même graphique (Figure II-35).

Les courbes en pointillés encadrent la bande de dispersion des mesures en cristallinité. Les courbes en trait plein encadrent la bande de dispersion des mesures en énergie. Pour les basses températures ( $T \leq -80^{\circ}\text{C}$ ), les énergies sont faibles et les cristallinités élevées. La dispersion des mesures est faible. Pour les hautes températures ( $T \geq -40^{\circ}\text{C}$ ), les énergies sont élevées et les cristallinités faibles. La dispersion des mesures est là encore faible.

Pour les températures intermédiaires, on relève des cristallinités et des énergies moyennes mais, dans cet intervalle, la dispersion des mesures est élevée. Par exemple à la température d'essai de  $-60^{\circ}\text{C}$ , quatre éprouvettes ont été testées : les valeurs de cristallinité mesurées s'étagent de 0% à 55%, et les valeurs d'énergie de 6630 J à 2330 J. Si on analyse les résultats éprouvette par éprouvette, la correspondance entre une énergie de rupture élevée et une cristallinité faible (ou inversement) existe toujours, tableau II-5.

*Tableau II-5 : Cristallinités et énergies de rupture à  $-60^{\circ}\text{C}$  pour l'acier A*

Cristallinité (%)	0	40	50	55
Energie de rupture (J)	6630	6190	2740	2340

La dispersion se manifeste donc simplement par le fait qu'à une même température, on peut observer conjointement des éprouvettes dont le comportement est principalement fragile et des éprouvettes dont le comportement est principalement ductile.

#### **4.4.2. Spécificité de l'acier B**

Le comportement de transition de l'acier B est représenté en Figure III-36. La courbe de transition en cristallinité a la même allure que celle de l'acier A. Pour les basses températures ( $T \leq -40^{\circ}\text{C}$ ), on mesure des cristallinités élevées, avec une faible dispersion des mesures. Pour les hautes températures ( $T \geq 0^{\circ}\text{C}$ ), on mesure des cristallinités faibles, avec une faible dispersion des mesures. Pour les températures intermédiaires, on mesure des cristallinités moyennes, et une dispersion des mesures élevée.

En revanche, la courbe de transition en énergie se distingue par une dispersion très élevée des résultats sur la presque totalité de l'intervalle de températures étudié. Seuls les essais à  $+20^{\circ}\text{C}$  sont peu dispersés. L'allure générale de la courbe reste cependant globalement croissante.

La dispersion des mesures en énergie est donc beaucoup plus importante que la dispersion des mesures en cristallinité. Ce phénomène est d'autant plus marqué pour les températures inférieures à  $-40^{\circ}\text{C}$ . Par exemple, à la température de  $-60^{\circ}\text{C}$ , on mesure des énergies de rupture comprises entre 1050 J et 5600 J, pour des éprouvettes dont la cristallinité reste comprise entre 90 % et 100 %, tableau II-6.

*Tableau II-6 : Cristallinités et énergies de rupture à -60°C pour l'acier B*

Cristallinité (%)	90	95	95	100
Energie de rupture (J)	5610	5310	4150	1050

Pour le matériau B, des éprouvettes rompues de façon apparemment fragile (puisque la cristallinité mesurée est supérieure à 90 %) peuvent présenter des énergies de rupture de 5500 J, soit plus de la moitié de l'énergie au niveau du plateau ductile.

Remarquons de plus que l'énergie de plateau de l'acier B est très élevée, puisqu'elle est de 10500 J pour une épaisseur d'éprouvette de 13 mm, alors qu'elle n'est que de 9800 J pour une épaisseur d'éprouvette de 19 mm, pour l'acier A. Il est donc tout à fait vraisemblable de penser qu'à épaisseur d'éprouvette égale les énergies de rupture qui seraient mesurées pour l'acier B, avec une cristallinité de 90 %, pourraient être voisines des énergies de rupture mesurées pour l'acier A avec des éprouvettes rompues de façon complètement ductile.

## **Résumé du chapitre II et rappel du problème**

Les caractéristiques des aciers étudiés sont présentées dans une première partie de ce chapitre. Les aciers A et B sont des aciers au C, Mn microalliés au Nb, V, de compositions chimiques voisines. Ils diffèrent principalement par le schéma de laminage utilisé : intercritique avec refroidissement naturel pour l'acier A et austénitique avec refroidissement accéléré pour l'acier B. Ces schémas de laminage conduisent à une structure ferrito-perlitique pour l'acier A et ferrito-bainitique pour l'acier B.

Les propriétés mécaniques résultantes sont voisines et correspondent aux spécifications API X65 ( $Re \geq 450$  MPa), avec de bonnes propriétés de résilience ( $TT \leq -80^\circ\text{C}$ ).

Dans une seconde partie, les méthodes de dépouillement de l'essai BDWTT ont été présentées. Une instrumentation du mouton-pendule pour mesurer l'effort de rupture en cours d'essai ne présente pas de difficulté majeure. On retiendra cependant qu'en début d'essai, des oscillations parasites d'origine inertielle perturbent la mesure. Ce phénomène peut néanmoins être négligé dès que la durée de l'essai est suffisante. D'autre part, pour les faibles énergies, les frottements ne sont plus négligeables devant les grandeurs mesurées.

Pour les mesures de cristallinité, une mesure planimétrique simplifiée a été utilisée. Cette méthode a permis de quantifier l'erreur de lecture visuelle commise par un opérateur ( $\pm 15\%$ ) et l'influence de la méthode de dépouillement proposée par l'API (sous-estimation de la cristallinité de 10 % lorsque  $C < 30\%$ ).

Les résultats expérimentaux obtenus pour les aciers A et B sont présentés et analysés dans une troisième partie. Les comportements des deux aciers se révèlent très différents.

En terme d'effort de rupture, pour l'acier A, l'abaissement de la température d'essai conduit à une diminution de la durée totale de l'essai, sans que l'allure de la courbe ne soit trop modifiée. Pour l'acier B, les courbes enregistrées à basse température sont au contraire caractérisées par une forte chute de charge.

L'observation des faciès de rupture montre que pour l'acier A, la fissure fragile s'amorce toujours sur l'entaille de l'éprouvette. Pour l'acier B, ce n'est que très rarement le cas; au contraire, la rupture fragile s'amorce usuellement à une certaine distance de l'entaille. Le tracé des courbes de transition permet de mettre en évidence que l'acier A a la température de transition la plus basse, alors que l'acier B a la plus forte énergie de plateau.

Le phénomène le plus marquant est observé lorsqu'on compare les courbes de transition en énergie et en cristallinité. Pour l'acier A, la corrélation est bonne. Les hautes énergies correspondent à de faibles cristallinités et réciproquement. Pour l'acier B, à faible température, cette corrélation n'existe pas : à de fortes cristallinités correspondent fréquemment des énergies élevées.

Dans la suite de cette étude, on s'attachera donc à comprendre cette différence de comportement entre les deux aciers étudiés. Pour ce faire, on cherchera à expliciter la relation énergie-cristallinité au cours de l'essai BDWTT. Une fois compris le mécanisme expliquant la forte consommation d'énergie pour les fortes cristallinités, on saura si ce mécanisme correspond effectivement à une élévation de la ténacité du matériau testé. Il conviendra dans ce cas de proposer des règles permettant de valoriser le dépouillement en énergie en complément de la mesure de cristallinité.

## Références bibliographiques du chapitre II

- [AST95] "1995 Annual book of ASTM Standards" Volume 03.01 ASTM, 1995.
- [BAC93] C. Bacon "Mesure de la ténacité dynamique de matériaux fragiles en flexion-trois-points à haute température - Utilisation des barres de Hopkinson." Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1993.
- [DEM91] G. Demofonti, M. Di Fant, W. Klemm "Dynamic failure of pipe steel" Second Progress Report ECSC N°7210.KA/319.
- [FON90] A. Fontaine, C. Roux : "Mesure de l'énergie BDWTT en régime ductile, aspects méthodologiques et métallurgiques", Note IRSID PE 5266 Octobre 1990.
- [GIU88] J. Giusti, B. Chamont, G. Bal Fontaine "Analyse thermique et modélisation de la cinétique de décomposition de l'austénite après laminage contrôlé. Application au refroidissement accéléré doux", Rapport IRSID IMSA.RC 88/309, Juillet 1988.
- [ISO95] ISO/ESIS "Metallic materials - Charpy-V impact test - instrumented test method" ISO/TC 164/SC4 N183, Draft document, September 1995.
- [IRE74] D. R. Ireland "Procedures and problems associated with reliable control of instrumented impact test" ASTM STP 563, Instrumented impact testing, 1974.
- [IRE77] D. R. Ireland "Dynamic fracture toughness, an international conference", The Welding Institute et American Society of Metals, Vol 1, pp. 47-62, Juillet 1977.
- [JON83] T. Joncheray, A. Le Bon "Laminage contrôlé intercritique : influence sur les propriétés des aciers à haute limite d'élasticité", Revue de Métallurgie - CIT, pp. 221-235, Mars 1983.
- [JUN79] G. Junker, G. Vogt "Einfluss der Kerbbeschaffenheit im Fallgewichtsversuch nach Battelle auf die Übergangstemperatur bei hochzähen Feinkornbaustählen" Stahl und Eisen 99 n°7, pp 352-357, avril 1979.
- [JUN83] G. Junker, G. Vogt "Einfluss von Prüfbedingungen auf die Ergebnisse von BDWT - Versuchen", 3R International, 1983.
- [JUN93] G. Junker, G. H. Vogt "Comparison of test results from chevron notch DWTT specimens with those from pressed notch specimens", Proceedings of the 9th PRC / EPRG Meeting - American Gas Association Ed. Vol. 1, Session 4 Paper 24, pp. 24-1, 24-12, 1993.
- [LEB77] A. Le Bon, L. Roesch "Etude des ruptures avec délaminations dans les tôles de laminage contrôlé" Rapport interne IRSID n° 692 Septembre 1977.
- [MOR75] W. B. Morisson "Influence of the testing direction on the mechanical properties of wrought steel" Metals technology 2 (1975), 33.

- [NOZ81] N. Nozaki, K. Bessyo, Y. Sumitomo, I. Takeuchi, A. Yamashita "*Drop weight tear test (DWTT) on the high toughness linepipe steel*", The Sumitomo Search N° 26, pp 76 à 90, novembre 1981.
- [SER78] Server W. L., "*Impact three point bend testing for notches and precracked specimens*", Journal of Testing and Evaluation, Vol 6, N° 1, 1978.
- [SER85] Server W. L., "*Charpy impact testing*", Metals Handbook, 9<sup>th</sup> Edition, Vol 8, American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 1985.
- [SHI85] Shimizu H., Gibbon M. V., "*Instrumented testing of steel plate*" Journal of testing and evaluation, Vol. 13, n° 2, pp169-175, mars 1985.
- [SUN81] Sun Fu Yu "*Influence des paramètres du laminage contrôlé sur l'évolution des structures des aciers au Nb et V à haute température et les conséquences sur les propriétés mécaniques finales*" Thèse de doctorat de 3<sup>e</sup> cycle, Université de Paris-Sud, Juillet 1981.
- [VEN70] Venzi S., Priest A. H., May M. J., "*Influence of inertial load in instrumented impact tests*" ASTM STP 466, Impact loading of metals, 1970.



## **CHAPITRE III :**

# **INTERPRÉTATION ET DISCUSSION**



# SOMMAIRE DU CHAPITRE III

<b>1. Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>2. Consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT .....</b>	<b>1</b>
2.1. Synthèse des résultats .....	III-1
2.1.1. Comportement de transition du premier type.....	III-1
2.1.2. Comportement de transition du second type .....	III-2
2.2. Consommation d'énergie lors de la fissuration ductile .....	III-3
2.2.1. Remarque préalable .....	III-3
2.2.2. Résultats expérimentaux.....	III-3
2.3. Modélisation de la consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT.....	III-5
2.3.1. Modèle proposé.....	III-5
2.3.2. Application aux différents comportements observés .....	III-6
2.3.3. Conclusion .....	III-7
2.4. Application aux matériaux étudiés.....	III-7
2.4.1. Cas de l'acier A.....	III-7
2.4.2. Cas de l'acier B.....	III-8
2.5. Discussion .....	III-9
2.5.1. Rappel du problème industriel .....	III-9
2.5.2. Conséquences du comportement de transition du second type.....	III-9
2.5.2.1 Considérations générales.....	III-9
2.5.2.2. Propriétés d'emploi du matériau B.....	III-10
2.5.3. Intérêt de la mesure d'énergie de rupture pour les essais BDWTT .....	III-10
2.5.5. Poursuite de l'étude .....	III-11
<b>3. La rupture par clivage .....</b>	<b>12</b>
3.1. Les mécanismes .....	III-12
3.2. Modèles mécaniques.....	III-12
3.3. Approche proposée .....	III-13
<b>4. Etude des facteurs mécaniques influant sur la rupture fragile.....</b>	<b>15</b>
4.1. Comportement en traction monotone .....	III-15
4.1.1. Eprouvettes et conditions expérimentales.....	III-15
4.1.2. Essais quasi-statiques.....	III-15

4.1.3. Essais dynamiques .....	III-17
4.2. Contrainte critique de clivage .....	III-18
4.2.1. Eprouvettes et conditions expérimentales.....	III-18
4.2.2. Acier A.....	III-18
4.2.3. Acier B.....	III-18
4.3. Effet de l'entaille pressée .....	III-20
4.3.1. Description de l'opération d'entaillage .....	III-20
4.3.2. Mécanisme d'entaillage .....	III-20
4.3.3. Etude expérimentale .....	III-21
4.3.4. Simulation numérique.....	III-21
4.3.5. Conséquences sur les résultats des essais BDWTT .....	III-21
4.3.5.1 Comparaison entre l'entaille pressée et l'entaille usinée .....	III-21
4. Influence de l'entaille pressée sur le type de comportement de transition...	III-22
4.4. Synthèse.....	III-22
<b>5. Observations en fractographie et micrographie.....</b>	<b>23</b>
5.1. Fractographie au point d'amorçage de la fissure fragile .....	III-23
5.1.1. Matériau A.....	III-23
5.1.2. Matériau B.....	III-24
5.2. Micrographie.....	III-26
5.2.1. Observations sur coupes polies .....	III-26
5.2.2. Mesures de taille de grain ferritique .....	III-27
5.2.2.1 Objet et méthode.....	III-27
5.2.2.2 Matériau A .....	III-27
5.2.2.3 Matériau B .....	III-28
5.3. Mécanismes.....	III-30
<b>6. Résumé du chapitre et mécanisme proposé .....</b>	<b>III-31</b>
<b>7. Bibliographie du chapitre .....</b>	<b>III-34</b>

# **CHAPITRE III :**

## **INTERPRETATION ET DISCUSSION**

### **1. Introduction**

Le chapitre précédent a mis en évidence deux comportements de transition très différents pour les aciers A et B, en particulier en ce qui concerne la relation entre énergie et cristallinité. Pour expliciter la relation précédente, il convient de relier les mécanismes de fissuration à la consommation d'énergie pendant le déroulement de l'essai BDWTT. Une fois comprise la différence entre les deux comportements de transition, en termes de mécanismes élémentaires de fissuration, on pourra conclure sur l'intérêt industriel d'un matériau présentant le comportement du second type. En dernier lieu, on s'attachera à comprendre quelles sont, parmi les caractéristiques mécaniques ou microstructurales des matériaux, celles favorisent l'un ou l'autre des deux comportements de transition.

### **2. Consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT**

Ce premier paragraphe vise à comprendre comment est dépensée l'énergie de rupture au cours de l'essai BDWTT et en particulier à établir les relations existant entre consommation d'énergie et avancée de fissure au cours de cet essai. L'intégration de ces relations sur toute la durée de l'essai permettra d'accéder aux grandeurs globales : énergie et cristallinité. Une première interprétation des deux types de comportement de transition aura ainsi été obtenue.

#### **2.1. Synthèse des résultats**

Au précédent chapitre, pour chacun des deux aciers, le phénomène de transition a été observé sous différents angles : faciès de rupture, énergies de rupture, courbes force/temps. Pour chacune des grandeurs mesurées, les propriétés des deux aciers ont été comparées et se révèlent très différentes. Deux comportements de transition distincts ont ainsi été mis en évidence (Chapitre II, paragraphe 4.). L'exploitation des résultats obtenus peut être poursuivie en synthétisant les observations effectuées pour chacun des deux comportements de transition.

##### **2.1.1. Comportement de transition du premier type**

C'est celui de toutes les éprouvettes du matériau A. Une courbe force/temps et un faciès de rupture types sont représentés en Figure III-1. La courbe force/temps présente un pic en tout

début d'essai, suivi d'une chute de charge plus ou moins visible. On observe, sur le faciès de rupture, l'amorçage fragile d'une fissure puis la propagation fragile de celle-ci. Amorçage et propagation ne consomment qu'une très faible énergie.

La courbe force/temps est ensuite continûment décroissante jusqu'à la fin de l'essai. On n'observe pas de phase où l'éprouvette se déforme sous un effort croissant, caractéristique d'une flexion de l'éprouvette sans progression de fissure. On peut donc en conclure que la propagation ductile d'une seconde fissure débute dès l'arrêt de la propagation fragile de la première fissure.

Lors d'un tel essai, presque toute l'énergie est consommée pendant que la fissure se propage de façon ductile.

### **2.1.2. Comportement de transition du second type**

C'est celui de la très large majorité des éprouvettes du matériau B. Une courbe force/temps et un faciès de rupture type sont représentés en Figure III-2. Le début de la courbe est très semblable à celui enregistré lors de la rupture d'une éprouvette au comportement ductile : l'effort mesuré est élevé. Sur le faciès de rupture, on observe d'ailleurs l'amorçage et la propagation d'une fissure ductile à partir de l'entaille de l'éprouvette. Il apparaît ensuite une très forte chute de charge qui traduit l'interruption de la propagation ductile de fissure par amorçage et propagation d'une fissure fragile. Enfin, la rupture de l'éprouvette est achevée par la formation de lèvres de rupture ductile. L'effort mesuré au cours de cette dernière phase est faible.

Etablissons la relation entre consommation d'énergie et création de surface. Comme précédemment, la rupture fragile ne consomme qu'une énergie négligeable. La formation des lèvres de rupture ductile ne nécessite qu'un apport d'énergie limité : ceci est à rapprocher du fait que ces lèvres sont généralement étroites<sup>1</sup>. En première approximation cette consommation d'énergie peut être négligée.

L'essentiel de l'énergie de rupture correspond donc à l'amorçage et à la propagation de la fissure ductile. On remarque en particulier que l'énergie consommée pour l'amorçage de fissure est élevée et qu'elle intervient sans création de surface. La consommation d'énergie lors de la propagation de la fissure ductile est également élevée mais est approximativement proportionnelle à sa durée. On conçoit donc que si la fissure ductile se propage peu, la création

---

<sup>1</sup> On pourra à cet égard se référer aux résultats de l'annexe A4 sur l'évolution de l'énergie de rupture avec l'épaisseur d'éprouvette.

de surface par fissuration ductile sera limitée alors qu'il y a eu une consommation importante d'énergie sans création de surface. Le rapport entre l'énergie consommée et les surfaces créées peut donc être très élevé.

## **2.2. Consommation d'énergie lors de la fissuration ductile**

### **2.2.1. Remarque préalable**

Du point de vue macroscopique, une quantité significative d'énergie est dépensée au cours de la propagation ductile de fissure. La propagation d'une fissure ductile ayant lieu par plasticité étendue, il est clair que la relation entre énergie dépensée et surface créée n'est pas directe. C'est à dire que l'énergie dépensée n'est pas utilisée pour créer les surfaces rompues; elle est principalement consommée par déformation plastique en avant de la pointe de fissure. L'objectif de ce travail (comprendre les relations entre énergie de rupture et cristallinité) impose cependant de chercher à relier consommation d'énergie et propagation de fissure.

### **2.2.2. Résultats expérimentaux**

L'enregistrement vidéo de la surface latérale d'une éprouvette à l'aide d'une caméra rapide permet de mesurer la longueur de fissure in situ, lors d'un essai BDWTT. En confrontant ces résultats à la consommation d'énergie calculée à partir des mesures de force/temps, on peut relier consommation d'énergie et avancée de fissure.

Pour des raisons pratiques, les éprouvettes utilisées sont prélevées dans une tôle au niobium-vanadium de 25 mm d'épaisseur, dont les propriétés peuvent être considérées comme très voisines de celles du matériau A, [CLE93]. L'éprouvette testée est entaillée par électroérosion; la profondeur de l'entaille est de 10 mm. L'épaisseur d'éprouvette est ramenée à 18 mm par fraisage double face.

L'essai est conduit sur un mouton BDWTT vertical de 100 kJ. Il est en effet nettement plus aisé de filmer l'éprouvette lors d'essais sur un mouton vertical<sup>2</sup> que sur le mouton pendulaire usuellement utilisé. Les enregistrements obtenus sont présentés en Figures III-3 et 4.

Au début de l'essai, on observe une plastification du ligament de l'éprouvette sans avancée de fissure. On remarque que deux zones plastiques se créent, l'une à partir de l'entaille et l'autre à partir du point d'impact du marteau. On note un émoussement très important de la pointe

---

<sup>2</sup> L'accès à cet équipement nous a été accordé par la société Dillinger Hütte GTS, à laquelle nous adressons nos remerciements.



De même, dans un article de synthèse sur l'interprétation des essais de déchirure ductile, Turner [TUR90] a étudié l'influence de la géométrie d'éprouvette sur la mesure de ténacité, en particulier en ce qui concerne l'épaisseur d'éprouvette et la longueur de ligament. Il a mis en évidence que lorsque la taille de la zone plastique est limitée par la longueur du ligament, la ténacité, mesurée par l'intégrale J de Rice, varie linéairement avec la longueur du ligament.

Dans le cas particulier où tout le ligament de l'éprouvette est plastifié, on peut soutenir qu'une part de l'énergie de rupture est dépensée pour déformer le ligament et ne participe donc pas au processus d'endommagement en pointe de fissure. On peut également voir le problème dans l'autre sens : puisque la zone plastique en pointe de fissure est limitée par la taille de l'éprouvette, alors toute l'énergie fournie à l'éprouvette est dissipée dans la zone plastique en tête de fissure et participe donc à l'amorçage et/ou à la propagation de fissure. Dans le cas qui est le nôtre il n'est pas nécessaire de trancher entre ces deux points de vue; en effet, on ne cherche pas à définir dans quelle mesure l'énergie dépensée est représentative de la résistance à la fissuration de l'acier testé, mais plus simplement à relier l'énergie consommée à l'avancée de fissure, d'une part et à l'apparence du faciès de rupture, d'autre part.

Nous utiliserons donc les termes "d'énergie d'amorçage de fissure" notée  $E_a$ , pour désigner l'énergie dépensée avant la fissuration et "d'énergie de propagation de fissure" notée  $E_{pr}$ , pour désigner l'énergie dépensée pendant la propagation de fissure.

## **2.3. Modélisation de la consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT**

### **2.3.1. Modèle proposé**

Les résultats obtenus précédemment permettent donc :

- de conclure que la plastification du ligament de l'éprouvette est la cause principale de la consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT,
- d'établir une relation simple entre avancée de fissure et consommation d'énergie, lorsque la fissure se propage de façon ductile.

A partir de ces faits, nous proposons un modèle simplifié de consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT, reliant consommation d'énergie et création de surface, et après intégration, énergie de rupture et cristallinité.

Diverses hypothèses sont nécessaires pour simplifier l'écriture du modèle. Il est admis en premier lieu que seules les phases de rupture ductile consomment de l'énergie, en partie pour l'amorçage, en partie pour la propagation; en second lieu, que l'énergie de rupture de l'unité de

surface sur le faciès de rupture dépend de la longueur du ligament non rompu, conformément à la relation (III-1).

Enfin, l'influence de la température est négligée, c'est à dire que  $\alpha$ ,  $\beta$  et l'énergie d'amorçage  $E_a$  sont supposés indépendants de la température. Nous n'ignorons pas que cette hypothèse est assez grossière puisqu'elle revient en particulier à négliger l'influence de la température sur les courbes d'écoulement des matériaux étudiés. D'une part cette hypothèse permet de simplifier l'écriture du modèle dont l'objet est purement descriptif. D'autre part le phénomène de transition se produit sur un intervalle de température assez restreint.

### 2.3.2. Application aux différents comportements observés

Sous ces hypothèses, un comportement complètement fragile correspond à une énergie de rupture nulle (seule la fissuration ductile consomme de l'énergie).

Dans le cas d'une rupture entièrement ductile, il y a une phase d'amorçage de fissure qui consomme une énergie  $E_a$ , suivie d'une phase où la fissure ductile se propage sur la totalité du ligament. Pour cette phase de propagation :

$$E_{pr} = \int_{a_0}^W B(\alpha(W - a) + \beta) da \quad (III-2)$$

avec :	$E_{pr}$	Energie de propagation	$a$	Longueur de fissure
	$B$	Epaisseur d'éprouvette	$W$	Largeur d'éprouvette
	$\alpha, \beta$	Coefficients		

soit :

$$E_{pr} = B \left[ \frac{\alpha}{2} (W - a_0)^2 + \beta (W - a_0) \right] \quad (III-3)$$

Cette quantité est la valeur maximale que peut prendre la part "propagation" de l'énergie de rupture, puisque la propagation ductile a lieu sur la totalité du faciès. Elle sera notée  $E_{prm}$ . Au cours d'une rupture ductile, l'énergie totale consommée est donc égale à  $E_a + E_{prm}$ .

Le détail des calculs nécessaires pour appliquer ce modèle aux deux types de comportement de transition est reporté en annexe A6. Pour le comportement de transition du premier type, l'énergie de rupture est égale à l'énergie de propagation de fissure ductile calculée en intégrant la formule III-1 et l'évolution de l'énergie de rupture en fonction de la cristallinité est présentée en figure III-6. On remarque que l'évolution de l'énergie de rupture en fonction de la cristallinité n'est pas continue lorsqu'on passe d'une rupture purement ductile à un comportement de transition. De plus, la pente de la courbe est maximale pour les plus faibles cristallinités. La

propagation d'une fissure fragile, même sur une distance très limitée, réduit donc fortement l'énergie totale de rupture.

Pour le comportement de transition du second type, il y a consommation de l'énergie d'amorçage de fissure  $E_a$  avant propagation de la fissure ductile. L'énergie totale de rupture est donc égale à  $E_a + E_{pr}$ . La relation obtenue est présentée en Figure III-7. On remarque que pour ce comportement de transition, l'énergie de rupture garde toujours une valeur élevée, qui peut atteindre celle mesurée pour une rupture purement ductile. En revanche, il y a discontinuité avec l'énergie mesurée pour une rupture fragile. En effet, même pour les fortes cristallinités, il y a toujours consommation de l'énergie d'amorçage de fissure ductile.

### **2.3.3. Conclusion**

Pour un comportement de transition du second type, la fissure se propage tout d'abord de façon ductile. Or, comme pour une rupture totalement ductile, une quantité importante d'énergie est consommée pour amorcer la fissure. Cette consommation d'énergie avant toute propagation de fissure explique que des énergies de rupture élevées puissent être mesurées même pour de très fortes cristallinités (c'est à dire lorsque la fissure ductile s'est peu propagée).

D'autre part, pour un comportement du premier type, la fissure ductile se propage dans un ligament de longueur réduite par la propagation préalable d'une fissure fragile et, d'après la relation (III-1), la consommation d'énergie par unité de surface est donc faible; alors que pour un comportement du second type, la fissure ductile se propage dans un ligament intact et la consommation d'énergie par unité de surface est plus importante. Il en résulte qu'à cristallinité identique, l'énergie mesurée pour un comportement de transition du second type sera toujours nettement supérieure à celle mesurée pour un comportement de transition du premier type.

## **2.4. Application aux matériaux étudiés**

La pertinence de ce modèle peut être vérifiée par comparaison avec les résultats expérimentaux. Le modèle proposé a été établi après une schématisation des faciès de rupture. Il n'est donc pas question de chercher à rendre quantitativement compte des résultats expérimentaux. Il s'agit simplement de vérifier si le modèle permet de retrouver la forme de la courbe énergie/cristallinité pour les matériaux A et B.

### **2.4.1. Cas de l'acier A**

Pour l'acier A, seul le comportement de transition du premier type a été observé. En plaçant les points expérimentaux dans un diagramme énergie-cristallinité, on peut comparer l'allure de la courbe obtenue à celle prédite par le modèle (Figure III-8a). Le nuage de points obtenu est légèrement dispersé en particulier pour les cristallinités nulles. En effet, d'une part

l'énergie de rupture n'est pas totalement indépendante de la température lorsque l'éprouvette est rompue de façon totalement ductile<sup>3</sup>, et d'autre part la méthode d'évaluation de l'API conduit à évaluer comme totalement ductiles des éprouvettes partiellement fragiles.

La dispersion des points expérimentaux est nettement réduite lorsqu'on utilise la méthode de mesure de cristallinité par planimétrie, beaucoup plus précise que l'estimation visuelle réalisée par l'opérateur (Figures III-8b et c). Cette méthode n'a cependant été utilisée que pour une partie des éprouvettes avec fraisage double face. Dans ce cas, l'accord avec le modèle est tout à fait satisfaisant

#### **2.4.2. Cas de l'acier B**

Pour l'acier B, si l'on considère l'ensemble des essais effectués, la relation énergie-cristallinité présente une forte dispersion (Figure III-9 a). Cette dispersion est en particulier importante pour les cristallinités supérieures à 60 %. Pour l'acier B, les deux comportements de transition ont été observés. Les résultats obtenus sont donc classés en deux familles de points, Figure III-9 b. On peut attribuer à chacun des deux comportements une relation énergie-cristallinité. L'allure des deux relations ainsi obtenues correspond approximativement à la prévision du modèle. La dispersion observée dans les mesures d'énergie à cristallinité identique peut donc être attribuée à la coexistence des deux types de comportement de transition.

Le comportement de transition du second type rend bien compte des énergies importantes mesurées pour les fortes cristallinités. En revanche, on observe que l'énergie de rupture reste approximativement constante lorsque la cristallinité décroît, alors que le modèle prévoit une augmentation de l'énergie de rupture. Ceci peut être attribué au fait qu'expérimentalement, la diminution de cristallinité est due non seulement à un amorçage plus tardif de la rupture fragile, mais également à l'élargissement des lèvres de rupture ductile, phénomène qui n'est pas pris en compte par notre modèle.

On peut retraiter les résultats expérimentaux pour ne pas tenir compte des lèvres de rupture ductile. La cristallinité est alors directement reliée à la longueur de propagation de la première fissure ductile :

---

<sup>3</sup> C'est en particulier le cas lorsque les éprouvettes de l'acier testé présentent des délaminations [MOR75], [LEB77].

$$C = \frac{(W - a_0) - a_d}{W - a_0} \quad (A6-3)$$

avec : W longueur du ligament  
 a<sub>0</sub> longueur de l'entaille.  
 a<sub>d</sub> longueur de ligament rompu de façon ductile (première avancée de fissure)

Avec cette définition de la cristallinité, la dispersion observée est nettement plus faible (Figure III-9c). On remarque que dans la très grande majorité des cas, la cristallinité ainsi calculée est élevée, car la fissure ductile s'est propagée sur une courte distance.

## **2.5. Discussion**

### **2.5.1. Rappel du problème industriel**

Du point de vue industriel, le problème posé initialement peut être formulé en trois questions :

- Quel est le mécanisme qui induit des consommations d'énergie élevées pour des faciès de rupture quasi-fragiles?
- Ce mécanisme améliore-t-il la ténacité des produits testés et, en corollaire, le matériau B est-il un matériau performant?
- Quelles informations peut-on retirer de la mesure de l'énergie de rupture pour une éprouvette BDWTT?

Le modèle de consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT présenté au paragraphe 2.3 a permis de répondre à la première question. Il convient à présent de répondre aux deux suivantes.

### **2.5.2. Conséquences du comportement de transition du second type**

#### **2.5.2.1 Considérations générales**

L'objet de l'essai BDWTT est de déterminer une température de transition correspondant à l'arrêt de la propagation d'une fissure fragile dans une conduite, en effet, l'amorçage accidentel d'une fissure dans une telle structure ne peut être exclu. Il ne s'agit cependant pas d'un essai de ténacité à l'arrêt permettant de mesurer un paramètre mécanique intrinsèque au matériau tel un K<sub>Ic</sub> à l'arrêt, mais plutôt d'un essai technologique, pour lequel la cristallinité, seul paramètre mesuré, ne constitue qu'une information qualitative.

A priori, le comportement du premier type, pour lequel on observe un arrêt de la fissure fragile, est préférable. Il faudrait cependant disposer de résultats d'essais d'éclatement de

conduites pour juger de la nocivité effective du comportement du second type. Depuis mars 1996, la dernière révision de la procédure de l'API [API96] demande de rejeter les éprouvettes présentant un comportement du second type. La production de tôles présentant un tel comportement ne présente donc aujourd'hui plus d'intérêt commercial.

En pratique, les essais de réception des tôles sont souvent conduits à des températures auxquelles l'éprouvette doit avoir un comportement ductile ou ne présenter que de faibles taux de cristallinité. Une cristallinité inférieure à 15 % est en effet fréquemment spécifiée, (chapitre I, paragraphes 4.1.2 et 4.2.2). Ceci limite donc en partie la portée de la restriction apportée par l'API. Si l'essai est conduit à une température où l'éprouvette est totalement ductile le comportement de transition du matériau testé importe peu.

#### 2.5.2.2. Propriétés d'emploi du matériau B

Le matériau B se caractérise par :

- un comportement de transition très majoritairement du second type,
- une dispersion des résultats due à la coexistence des deux comportements de transition,
- une température de transition élevée,
- une énergie au plateau ductile élevée.

Seul le niveau d'énergie au plateau ductile présente un intérêt pratique. En revanche, les trois autres points constituent un handicap rédhibitoire. Il est donc clair que le matériau B ne peut être considéré comme un matériau ayant un avenir commercial. En revanche, il importe de poursuivre l'étude pour tenter de comprendre d'où résultent ces propriétés indésirables, de façon à améliorer la séquence de laminage utilisée.

#### **2.5.3. Intérêt de la mesure d'énergie de rupture pour les essais BDWTT**

Il a été vu qu'on ne peut pas directement comparer les énergies si les comportements de transition sont de type différent. L'énergie de rupture peut-elle alors être considérée comme un indicateur fiable? Remarquons tout d'abord que le problème se pose en termes similaires pour la comparaison des cristallinités. Il n'est pas certain que la même valeur de cristallinité mesurée pour deux matériaux présentant l'un et l'autre comportement respectivement assure le même type de rupture du tube en service.

Pour un même matériau, et si le comportement de transition est d'un seul type, une augmentation de la cristallinité est toujours associée à une diminution de l'énergie de rupture. Les deux indicateurs donnent donc des informations cohérentes.

Que l'on soit en présence de l'un ou l'autre comportement, l'énergie de rupture mesurée à une température donnée dépend de l'énergie au plateau ductile de l'acier testé et du taux de

crystallinité. Pour différents matériaux, un même niveau d'énergie peut donc être atteint avec diverses combinaisons d'énergie de plateau et de cristallinité. Ainsi, alors que pour un essai donné, la seule valeur de la cristallinité permet de savoir si l'on est en présence d'une éprouvette "plutôt fragile" ou "plutôt ductile", on ne peut tirer la même conclusion à partir de l'énergie de rupture que si l'on connaît l'énergie au plateau ductile.

En revanche, le niveau d'énergie au plateau ductile caractérise la résistance à la fissuration ductile, information qui ne peut être tirée de la seule lecture de la cristallinité. La valeur de l'énergie au plateau ductile mesurée par essai BDWTT a la même signification que l'énergie au plateau ductile mesurée par essai Charpy. De plus l'essai BDWTT permet de tester la pleine épaisseur de tôle, ce qui n'est pas le cas de l'essai Charpy. La mesure de l'énergie de rupture par essai BDWTT est donc d'un intérêt supérieur à celle mesurée par essai Charpy. Néanmoins, l'établissement de corrélations entre l'énergie de plateau Charpy et la résistance à l'éclatement d'un tube en service a demandé un effort expérimental conséquent. L'établissement du même type de relations pour l'énergie de plateau BDWTT demanderait au moins le même effort pour obtenir des relations faisant presque double emploi avec les relations basées sur l'essai Charpy. Il est donc peu vraisemblable qu'il soit entrepris.

#### **2.5.5. Poursuite de l'étude**

Si le problème initial paraît résolu, la compréhension du phénomène rencontré n'est cependant pas totale. En effet, si l'existence de deux comportements de transition et les conséquences du comportement du second type sur le déroulement et les résultats de l'essai BDWTT sont à présent établies, en revanche, rien ne permet encore d'expliquer ce qui entraîne l'apparition de l'un ou l'autre de ces deux comportements.

Des faciès de rupture du second type ont déjà été observés, [KAS76], [JUN79], [NOZ81], [JUN93], mais l'influence de ce comportement sur l'énergie de rupture n'a été que peu étudiée. En effet, l'énergie de rupture n'est pas toujours mesurée lors de l'essai BDWTT. Enfin, la mauvaise correspondance entre énergie et cristallinité pour le comportement de transition du second type est surtout marquée lorsque la cristallinité est forte, ce qui n'est pas le cas des essais publiés.

Pour les auteurs cités, le comportement du second type est dû au fait que l'entaille n'est pas suffisamment sévère pour amorcer une fissure fragile. Divers types d'entailles plus sévères sont proposés : fissure de fatigue, traitement thermique local, entaille en chevron ... Certaines des méthodes proposées permettent de retrouver un comportement du premier type. En revanche, les températures de transition mesurées à l'aide de ces nouveaux types d'éprouvettes entaillées sont plus faibles que celles mesurées à l'aide de l'éprouvette normalisée. Il est donc à craindre que la bonne correspondance entre les températures de transition mesurées par essais BDWTT

et celles observées en service ne soit plus valide. D'autre part, ce type d'approche n'apporte aucun éclaircissement sur les causes qui engendrent le comportement du second type.

Il nous a donc paru préférable d'opter pour une autre démarche. La différence essentielle entre les comportements de transition des deux types réside en l'instant d'amorçage de la fissure fragile. Ce sont donc les conditions d'amorçage d'une fissure fragile qu'il convient plutôt d'étudier.

### **3. La rupture par clivage**

#### **3.1. Les mécanismes**

Les principaux mécanismes de la rupture par clivage sont aujourd'hui bien connus : il y a tout d'abord amorçage de microfissures par plasticité ou microplasticité, puis propagation instable de ces microfissures sous l'effet d'un champ de contraintes suffisamment intense.

Le rôle du phénomène de microplasticité à l'intérieur des grains a notamment été étudié par Stroh [STR54] et Cottrell [COT58]. Les modèles proposés par ces auteurs permettent en particulier de rendre compte de l'élévation de ténacité avec la diminution de taille de grain. La fissure est amorcée (Modèle de Stroh), ou propagée (Modèle de Cottrell) par un empilement de dislocations dont le nombre est limité par la taille de grain.

Un troisième modèle, proposé par Smith, [SMI66], permet de rendre compte de l'influence néfaste des particules de seconde phase fragile, qui, pour un acier, sont essentiellement des carbures précipités aux joints de grains. Ce modèle décrit les deux étapes du phénomène de rupture fragile: amorçage et propagation. Dans un premier temps, un empilement de dislocations sur une particule localisée dans un joint de grain entraîne la rupture de cette particule et crée une amorce de défaut. La propagation du défaut ainsi formé dans le grain de ferrite voisin peut avoir lieu sous l'effet d'une contrainte de traction suffisamment intense. Cette contrainte peut être calculée par un raisonnement énergétique de type Griffith; elle décroît lorsque la taille du carbure croît.

#### **3.2. Modèles mécaniques**

Si le phénomène critique pour l'amorçage de la rupture par clivage est, la présence d'une contrainte de traction suffisamment intense, il semble possible de définir assez simplement un critère prédictif de rupture.

Un premier modèle a été proposé par Ritchie, Knott et Rice [RIT73]. Ces auteurs ont étudié la rupture d'éprouvettes fissurées. Pour ce type d'éprouvettes, la forme du champ de contrainte en pointe de fissure présente un pic, conformément au champ HRR. Au cours du

chargement de l'éprouvette, ni la forme du champ de contrainte ni sa valeur maximale ne varient; le profil est simplement dilaté dans la direction de la fissure (Figure III-10). Si la rupture fragile était simplement amorcée par un champ de contraintes suffisamment intense, pour ce type d'éprouvettes, elle aurait lieu dès le tout début du chargement, ce qui n'est pas le cas. Cette contradiction a été résolue par ces auteurs en proposant que la contrainte devait s'exercer sur un volume de matière suffisant. Le critère de rupture alors proposé est schématisé en Figure III-10. La rupture se produit lorsque l'intensité du champ de contraintes en pointe de fissure dépasse une valeur critique  $\sigma_c$  jusqu'à une distance au moins égale à la distance critique  $d_c$ . Il faut donc appliquer à l'éprouvette un chargement suffisamment intense pour donner au champ de contraintes l'étendue nécessaire. Le critère ainsi obtenu a été appliqué avec succès à la prévision de ténacité d'éprouvettes de flexion 4 points fissurées, sur un vaste intervalle de température. Il ne permet néanmoins pas de tenir compte de la dispersion expérimentale observée.

Un modèle à base statistique a été proposé par le groupe Beremin [BER83]. La probabilité de rupture d'un élément de volume  $V_0$ , soumis à une contrainte  $\sigma$ , est définie par :

$$p(\sigma) = \left( \frac{\sigma}{\sigma_u} \right)^m \quad \text{(III-4)}$$

Pour  $V_0$  donné,  $\sigma_u$  et  $m$  sont deux constantes qui ne dépendent que du matériau. Elles caractérisent la contrainte critique de clivage du matériau et sa dispersion respectivement. La relation (III-4) n'a bien entendu de sens que si  $V_0$  est suffisamment petit pour qu'en son sein le champ de contraintes soit raisonnablement uniforme et suffisamment grand pour englober un volume de matière statistiquement représentatif du matériau testé. En pratique,  $V_0$  correspond au volume de quelques grains. La probabilité de rupture de l'éprouvette se déduit de la relation (III-4) par intégration sur le volume plastifié.

Ces modèles permettent de caractériser la ténacité d'un matériau à partir de l'étude du champ de contrainte en pointe de fissure. On parle d'approche locale de la rupture, par opposition à la mécanique de la rupture où la ténacité est définie par des paramètres globaux, tels le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_c$  ou l'intégrale  $J$  de Rice, calculés à partir de grandeurs macroscopiques (dimensions de l'éprouvette, longueur de fissure et effort appliqué).

### **3.3. Approche proposée**

La probabilité de rupture fragile d'une structure résulte donc de la valeur relative du champ de contrainte par rapport à la contrainte critique de clivage. Prévoir la ténacité d'une structure à l'aide d'un de ces modèles impose donc de déterminer ces deux grandeurs.

On admet usuellement que la contrainte critique de clivage est une grandeur caractéristique du matériau testé. Il a été montré que cette grandeur est effectivement indépendante de la température [DIF95]. En revanche, l'influence d'une prédéformation a été mise en évidence par le groupe Beremin [BER83]. Une relation a été proposée pour tenir compte de ce phénomène :

$$\sigma_c = \sigma_{c0} \cdot e^{\lambda \varepsilon / 2} \quad (\text{III-5})$$

avec :

- $\sigma_{c0}$       contrainte critique de clivage du matériau vierge,
- $\sigma_c$         contrainte critique de clivage après déformation,
- $\varepsilon$          amplitude de la déformation totale équivalente,
- $\lambda$          coefficient ( $\lambda = 1$  en traction, et  $\lambda = -1$  en compression)

Pour les faibles déformations, on peut admettre que  $\sigma_c \approx \sigma_{c0}$ . La contrainte critique de clivage peut être aisément mesurée, par exemple à l'aide d'essais de traction sur éprouvettes entaillées.

Le champ de contraintes dans une structure est fonction de la loi de comportement du matériau, de la géométrie de la structure testée et de l'histoire du chargement appliqué. Il peut être déterminé soit analytiquement dans des cas simples, soit par un calcul par éléments finis. En pratique, la loi de comportement d'un acier variant notablement avec la température et la vitesse de déformation, et il faut également en tenir compte.

Dans le cas de la rupture d'une éprouvette BDWTT, l'ensemble des facteurs influant sur la ténacité et leurs interactions sont schématisés en Figure III-11. Pour réaliser une prédiction de ténacité il faut donc :

- déterminer la loi de comportement, en tenant compte de l'effet de la vitesse de déformation et de la température, puisque les essais BDWTT sont des essais dynamiques effectués à basse température,
- mesurer la contrainte critique de clivage,
- étudier le phénomène d'entaillage qui introduit un écrouissage important et des contraintes résiduelles au voisinage de l'entaille.

Une telle étude a été menée pour les deux matériaux A et B, dans l'espoir de mettre en évidence des différences significatives susceptibles d'expliquer les différences de comportement observées.

## **4. Etude des facteurs mécaniques influant sur la rupture fragile**

### **4.1. Comportement en traction monotone**

#### **4.1.1. Eprouvettes et conditions expérimentales**

Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes cylindriques de révolution de diamètre 5 mm et de longueur utile 28 mm, prélevées à mi-épaisseur de tôle. Leur géométrie est définie en Figure III-12. Toutes les éprouvettes sont prélevées dans le sens travers de la tôle. Les éprouvettes sont testées dans une chambre d'ambiance refroidie par une injection d'azote liquide. On peut ainsi faire varier la température de  $-196^{\circ}\text{C}$  jusqu'à la température ambiante. L'homogénéité de température est assurée par un dispositif de ventilation interne. Le contrôle de la température est assuré par un thermocouple directement soudé sur le corps de l'éprouvette. On vérifie aisément que la striction n'est pas amorcée par le point de soudure. Un tel dispositif permet de maintenir la température d'essai constante à  $\pm 3^{\circ}\text{C}$ .

Les essais sont conduits à deux vitesses de déformation :  $7,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $5,6 \text{ s}^{-1}$ , la première correspondant à des essais quasi-statiques, la seconde à des essais dynamiques. Pour les essais dynamiques, une ligne d'amarrage à piston est utilisée. Elle permet de ne commencer à solliciter l'éprouvette qu'après que la vitesse de traverse ait atteint sa valeur nominale.

#### **4.1.2. Essais quasi-statiques**

Les résultats des essais de traction réalisés à la vitesse de  $7,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sont donnés en Tableaux III-2 et III-3, pour les aciers A et B respectivement. Deux éprouvettes ont été testées pour chaque température. Les courbes conventionnelles de traction monotone sont rassemblées en Figure III-13. Elles présentent un crochet suivi d'un palier d'écoulement à la limite d'élasticité.

Les propriétés des deux aciers sont très similaires. L'acier A est légèrement plus dur et moins ductile que l'acier B. Pour les deux aciers, les faciès de rupture des éprouvettes sont fragiles à  $-196^{\circ}\text{C}$  et ductiles aux températures plus élevées. On observe de plus des délaminations aux basses températures ( $\leq -60^{\circ}\text{C}$ ), Tableau III-4.

Tableau III-2 : Caractéristiques en traction monotone à basse température de l'acier A (essais quasistatiques  $\dot{\epsilon} = 7,7 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ , valeurs moyennes sur deux essais)

Température (°C)	Re <sub>s</sub> (MPa)	Re <sub>i</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A* (%)	Z (%)
-196**	1034	961	980	25	48
-140	771	724	794	24	64
-100	650	628	722	26	71
-60	597	555	661	26	71
-20	559	525	625	22	74
20	543	515	600	19	74

\* A est calculé pour une longueur initiale égale à la longueur calibrée, soit 28 mm.

\*\* Une seule éprouvette testée

avec: Res limite d'élasticité supérieure      Re<sub>i</sub> limite d'élasticité inférieure  
R<sub>m</sub> résistance      A allongement à rupture  
Z striction

Tableau III-3 : Caractéristiques en traction monotone à basse température de l'acier B (essais quasistatiques  $\dot{\epsilon} = 7,7 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ , valeurs moyennes sur deux essais)

Température (°C)	Re <sub>s</sub> (MPa)	Re <sub>i</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A* (%)	Z (%)
-196	1009	920	930	18	63
-140	747	681	727	29	75
-100	637	582	671	30	78
-60**	550	516	624	30	81
-20**	546	487	585	28	81
20	494	462	550	26	82

\* A est calculé pour une longueur initiale égale à la longueur calibrée, soit 28 mm.

\*\* Une seule éprouvette testée

avec: Res limite d'élasticité supérieure      Re<sub>i</sub> limite d'élasticité inférieure  
R<sub>m</sub> résistance      A allongement à rupture  
Z striction

Tableau III-4 : Taux d'éprouvettes délaménées (%) aux différentes températures.

	-196 °C	-140 °C	-100 °C	-60 °C	-20 °C	20 °C
Acier A	100	100	50	50	0	0
Acier B	0	0	100	100	0	0

#### 4.1.3. Essais dynamiques

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau III-5. Pour les deux aciers, à la température de -100 °C, l'allongement réparti est négligeable (la striction débute dès que le régime plastique est atteint). Il en résulte que la limite d'élasticité et la résistance maximale sont approximativement identiques. Par rapport aux essais quasi-statiques, on note une forte diminution de l'allongement à rupture alors que la striction mesurée est quasiment identique.

A basse température, les courbes de traction quasi-statique deviennent très plates (Figure III-13). Lors d'un essai dynamique, la mise en charge instantanée de l'éprouvette s'accompagne de fluctuations de charge très marquées. On peut penser que ce sont ces fluctuations parasites qui ont entraîné la striction prématurée de l'éprouvette.

Tableau III-5 : Caractéristiques en traction monotone à basse température pour les deux aciers (essais dynamiques  $\dot{\epsilon} = 5,6 \cdot s^{-1}$ , moyennes sur deux essais)

Température (°C)	Re <sub>s</sub> (MPa)	Re <sub>i</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A* (%)	Z (%)
Acier A -100	901	776	782	19	68
Acier A 20	640	560	636	23	70
Acier B -100	868	764	761	16	75
Acier B 20	672	519	607	27	79

\* A est calculé pour une longueur de base égale à la longueur calibrée, soit 28 mm.

avec: Res limite d'élasticité supérieure      Rei limite d'élasticité inférieure  
 Rm résistance      A allongement à rupture  
 Z striction

L'effet de la vitesse de sollicitation sur la limite d'élasticité est présenté en Figure III-14 et dans le Tableau III-6. On remarque que l'acier B est un peu plus sensible à la vitesse de déformation que l'acier A.

*Tableau III-6 : Elévations relatives de la limite d'élasticité inférieure avec la vitesse de sollicitation*

Re <sub>j</sub> (MPa)	-100 °C		20 °C	
	(7,7*10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup> )	(5,6 s <sup>-1</sup> )	(7,7*10 <sup>-4</sup> s <sup>-1</sup> )	(5,6 s <sup>-1</sup> )
Acier A	628	776 (+24%)	515	560 (+9%)
Acier B	582	764 (+31%)	462	519 (+11%)

Excepté cette légère différence, les évolutions des propriétés mécaniques des aciers A et B en fonction de la température et de la vitesse de déformation sont sensiblement identiques. Elles ne peuvent donc à notre avis expliquer les différences de comportement observées lors des l'essais BDWTT.

## **4.2. Contrainte critique de clivage**

### **4.2.1. Eprouvettes et conditions expérimentales**

La mesure de la contrainte critique de clivage est effectuée par essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. La géométrie des éprouvettes utilisées est définie en Figure III-15. Les précautions opératoires à respecter pour assurer la pertinence des résultats ont été récemment définies par deux groupes de travail [ESI95], [MUD94]. Le dispositif d'essai à basse température est identique à celui utilisé pour les essais de traction sur éprouvettes lisses. Les essais sont conduits avec une vitesse de traverse de 0,5 mm/min.

### **4.2.2. Acier A**

Pour l'acier A tous les essais menés sur des éprouvettes de type AE2-50 ont conduit à une rupture de l'éprouvette par délamination parallèlement au plan de laminage. Une deuxième série d'essais a été menée sur des éprouvettes de type AE10-50. Pour ce type d'éprouvettes, la composante du champ de contraintes dans la direction radiale est en effet plus faible que pour les éprouvettes de type AE2-50. Le taux de triaxialité est de 1,2 pour les éprouvettes AE2-50 et de 0,8 pour les éprouvettes AE10-50. En dépit de ce changement de géométrie, les ruptures par délamination sont toujours observées. Il n'est donc pas possible d'exploiter les essais réalisés. Des éprouvettes avec un rayon d'entaille encore supérieur auraient peut-être encore pu être testées. Il faut cependant noter qu'on observe des délaminations pour les essais de traction sur éprouvettes lisses et il est peu probable que cette tentative ait été couronnée de succès.

### **4.2.3. Acier B**

Les éprouvettes testées sont de type AE 2-50. Aucun problème de délamination n'a été rencontré. Les résultats des essais effectués sont donnés dans le Tableau III-7. Quelques essais

préliminaires permettent de choisir une température d'essai (ici -190 °C) pour laquelle les déformations à rupture observées sont comprises entre 5 et 30%.

*Tableau III-7 : Pour l'acier B, résultats des essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées de type AE2-50 .*

Température (°C)	Déformation moyenne à rupture (%)	Contrainte moyenne à rupture (MPa)	Contrainte critique de clivage (MPa)
-140	79,9	1480	NS
-170	51,7	1650	2310
-180	31,8	1580	2350
-180	32,8	1580	2360
-190	5,5	1320	2020
-190	9,4	1370	2240
-190	15,4	1460	2350
-190	21,9	1540	2400
-190	22,2	1570	2400
-190	22,3	1530	2400
Moyenne			2310

avec : Déformation moyenne à rupture =  $\ln\left(\frac{\text{Section initiale}}{\text{Section à rupture}}\right)$

Contrainte moyenne à rupture =  $\frac{\text{Force à rupture}}{\text{Section à rupture}}$

La contrainte critique de clivage a été estimée par un calcul par éléments finis. C'est la contrainte à rupture dans la direction de traction, au centre de l'éprouvette. Cette valeur correspond au maximum de la plus grande contrainte principale dans l'éprouvette.

Du point de vue statistique, le nombre d'essais qu'il a été possible de réaliser est trop faible. Pour estimer correctement la dispersion de la contrainte critique de clivage, il aurait été préférable de pouvoir tester au moins quinze éprouvettes, de préférence à la même température.

Que l'on tienne ou non compte des essais préliminaires effectués à -170 et -180°C, deux populations de résultats émergent clairement. D'une part, pour la majorité des essais, la contrainte critique de clivage est comprise entre 2300 et 2400 MPa. D'autre part, pour deux éprouvettes, des valeurs plus faibles ont été mesurées, 2017 et 2237 MPa.

Deux hypothèses sont possibles pour expliquer ces résultats. Soit la contrainte critique a une répartition unimodale et le nombre d'éprouvettes testées est trop faible pour estimer correctement cette répartition. Soit la contrainte critique a effectivement une répartition bimodale. Le matériau ne peut alors être considéré comme homogène. Il comprend des zones de haute ténacité et d'autres de faible ténacité.

Cette hypothèse mériterait d'être vérifiée à l'aide d'un plus grand nombre d'essais, ce qui n'a pas été possible par manque de matériau. Ces résultats sont également à rapprocher des essais Charpy effectués sur les éprouvettes prélevées en peau et à cœur de tôle. Pour les températures comprises entre -70 et -90°C, une forte dispersion est observée, avec des éprouvettes présentant des énergies de rupture fortes (200 J) et d'autres des énergies de rupture faibles (40 J).

### **4.3. Effet de l'entaille pressée**

L'entaille d'une éprouvette BDWTT est obtenue par enfoncement d'un couteau dans l'éprouvette. Cette opération plastifie fortement le matériau au voisinage de l'entaille, en générant un champ de contraintes et déformations résiduelles, qu'il importe donc d'étudier.

#### **4.3.1. Description de l'opération d'entaillage**

L'entaillage est effectué à la presse, à l'aide d'un couteau en acier extra-dur (Z 160 CDV 12 traité). Les deux faces du couteau sont rectifiées et le rayon obtenu en pointe du couteau est compris entre 10 et 30  $\mu\text{m}$ . Le couteau est graissé pour minimiser les frottements contre les flancs de l'entaille.

Un montage placé sur la table de la presse, permet un positionnement relatif précis de l'éprouvette et du couteau (Figure III-16). Ce dispositif garantit le centrage de l'entaille par rapport à l'éprouvette. Le montage utilisé permet également d'assurer la profondeur de l'entaille en limitant l'enfoncement du couteau.

#### **4.3.2. Mécanisme d'entaillage**

L'enfoncement du couteau dans l'éprouvette est un phénomène complexe. En effet, l'acier constituant l'éprouvette peut être coupé et/ou refoulé par le couteau. Les modes "coupe pure" et "refoulement pur" sont schématisés en Figure III-17.

Des essais d'entaillage sur éprouvettes préalablement quadrillées au pas de 1 mm ont été effectués pour déterminer expérimentalement le mode de pénétration du couteau. La déformation observée est présentée en Figure III-18. On remarque qu'il s'agit d'un mode de déformation intermédiaire entre les deux modes idéaux. Le couteau atteint la quatrième ligne du

quadrillage. Sur les cinq millimètres de progression du couteau, l'influence relative des deux mécanismes est donc grossièrement de 80% pour le phénomène de coupe et de 20% pour le phénomène de refoulement de matière.

### **4.3.3. Etude expérimentale**

Des mesures de dureté et une équivalence dureté-déformation ont été utilisées pour estimer l'écroutissage introduit par l'entaillage. Le détail des mesures effectuées est présenté en Annexe A7. Les résultats obtenus sont synthétisés en Figure III-19.

L'éprouvette est plastifiée sur environ 12 mm autour de l'entaille. La zone plastique est légèrement plus étendue dans la direction de pénétration du couteau. Les déformations atteintes sont de l'ordre de 30%. Une autre série de mesures effectuées à plus près de l'entaille permet de mettre en évidence des déformations de l'ordre de 60 % (Annexe A7). L'élévation de la limite d'élasticité au voisinage immédiat de l'entaille doit donc être importante.

Les contraintes résiduelles engendrées par une opération aussi sévère sont certainement très élevées et il paraît souhaitable de les quantifier. Ce problème est traité numériquement.

### **4.3.4. Simulation numérique**

La modélisation de l'entaillage a été développée par P. Longuemare et C. Buirette, dans le cadre de deux stages de DEA [LON93], [BUI94]. Une présentation du modèle est faite en Annexe A8. Il s'agit d'un modèle à trois dimensions. Pour rendre compte de façon réaliste du mécanisme de fissuration observé (coupe et refoulement de matière), la loi de progression de fissure utilisée est déduite de l'expérience. Les résultats obtenus ont été validés expérimentalement, tant en ce qui concerne l'effort d'entaillage que la géométrie de l'éprouvette après déformation. L'accord entre calculs et mesures est bon.

Après entaillage, le champ des déformations plastiques résiduelles est présenté en Figure III-20. L'allure de la zone plastique et le niveau de déformation atteint correspondent aux observations expérimentales. Les déformations maximales sont observées sur les flancs de l'entaille et résultent des frottements couteau-éprouvette. Elles sont très élevées ( $\epsilon_p > 1$ ). En pointe d'entaille, le gradient de déformation est très élevé. Les contraintes résiduelles dans la direction 2 sont présentées en Figure III-21. En pointe d'entaille, on observe un champ de contraintes de compression très intense (de l'ordre de 1000 MPa).

### **4.3.5. Conséquences sur les résultats des essais BDWTT**

#### **4.3.5.1 Comparaison entre l'entaille pressée et l'entaille usinée**

L'effet de l'entaillage sur les résultats de l'essai BDWTT est essentiellement dû à son influence sur les conditions d'amorçage d'une fissure fragile. Quatre facteurs sont influents :

(1) la plastification du matériau entraîne, par écrouissage, une élévation de la limite d'élasticité du matériau, et donc du champ de contraintes en cours d'essai,

(2) l'acuité de l'entaille est plus élevée dans le cas d'une entaille pressée, le rayon à fond d'entaille fraisée étant approximativement égal à cinq fois celui de l'entaille pressée.

(3) l'entaillage introduit en pointe de fissure des contraintes résiduelles de compression qui se soustraient au champ de contraintes, en traction, qui se développe au cours de l'essai.

(4) l'écrouissage en compression peut entraîner une élévation de la contrainte critique de clivage (relation III-5),

Ces quatre facteurs ont des effets antagonistes, puisque les deux premiers facilitent l'amorçage de la rupture fragile alors que les deux derniers le rendent plus difficile. Pour un acier de caractéristiques voisines de celles de l'acier A, il a été observé que la température de transition à 50% de cristallinité, mesurée par des essais sur éprouvettes avec entaille pressée est plus élevée d'une quinzaine de degrés que celle mesurée sur éprouvettes avec entaille usinée [CLE93]. L'effet d'une entaille pressée est donc relativement modeste.

#### 4. Influence de l'entaille pressée sur le type de comportement de transition

Les matériaux A et B ont des caractéristiques élastoplastiques très voisines; les résultats de l'entaillage en termes de contraintes et déformations résiduelles sont donc sensiblement identiques pour les deux matériaux. Les rayons à fond d'entaille ne dépendent que de la géométrie du couteau. L'élévation de la contrainte critique de clivage après une déformation en compression est difficile à estimer. Conformément à la relation III-5, l'effet sera identique pour les deux matériaux. Compte tenu des difficultés de mesure de  $\sigma_c$  pour les matériaux non déformés, il n'est pas question de l'estimer expérimentalement.

Bien que ne les ayant pas évaluées quantitativement, on peut prévoir que les conséquences de l'entaillage sont quasiment identiques pour les deux matériaux A et B; elles ne peuvent donc pas expliquer la différence de comportement de transition observée.

#### 4.4. Synthèse

En ce qui concerne la rupture fragile, les propriétés de ténacité sont fonction du champ de contraintes et de la contrainte critique de clivage. Les comportements des deux matériaux et les contraintes et déformations résiduelles induites par l'entaillage influent simultanément sur le champ de contraintes en cours d'essai BDWTT. Les trois facteurs agissant sur la ténacité (contrainte critique de clivage, comportement et entaillage) ont été étudiés ici. Ni le comportement, ni l'entaillage ne peuvent expliquer la différence de comportement de transition observée entre les deux matériaux A et B.

Il est vraisemblable que la différence de propriétés BDWTT puisse être attribuée à une différence de contrainte critique de clivage. La mesure de cette grandeur à l'aide d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées n'a malheureusement fourni que des résultats partiels.

Pour l'acier A, les essais effectués n'ont pas permis de mesurer la contrainte critique de clivage. Pour l'acier B, seul un petit nombre d'essais a pu être effectué. On observe une dispersion élevée des résultats, probablement due au nombre insuffisant d'échantillons testés; en revanche, une hypothèse plus prometteuse et qui mériterait d'être vérifiée, est que la contrainte critique ait une distribution bimodale. Il y aurait alors deux populations d'éprouvettes, l'une à forte ténacité, l'autre à faible ténacité. Cette hypothèse est compatible avec les résultats d'essais Charpy. Des observations microstructurales et fractographiques devraient permettre de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse et constituent l'étape suivante de cette étude.

## **5. Observations en fractographie et micrographie**

### **5.1. Fractographie au point d'amorçage de la fissure fragile**

#### **5.1.1. Matériau A**

Pour connaître les facteurs métallurgiques qui influent sur l'amorçage de la fissure fragile, une étude des sites d'amorçage a été conduite. En suivant la pointe des chevrons présents sur le faciès de rupture, il est aisé de remonter jusqu'au point d'amorçage. Pour le matériau A, il n'y a généralement qu'un seul point d'amorçage par éprouvette; mais, il n'est pas toujours possible de l'observer. En effet, lorsque la fissure s'amorce près de l'entaille, elle est en général très ramifiée. Or l'observation du point d'amorçage n'est en fait possible que si le développement de la fissure principale permet l'ouverture complète de la fissure initiale, Figure III-22.

Pour le matériau A, le point d'amorçage a pu être observé sur 4 éprouvettes. Bien que ce nombre d'observations soit insuffisant pour en tirer des conclusions statistiques, quelques tendances peuvent néanmoins être dégagées. Une synthèse des remarques en est donnée dans le Tableau III-8. Les points d'amorçage correspondants sont présentés en figure III-23. L'amorçage de fissure n'est pas dû à une cause unique. Sur les éprouvettes 3 et 5, l'amorçage est dû à une inclusion de type alumino-sulfure de calcium. Sur les éprouvettes 12 et 15 il n'a pas été possible d'en identifier la cause. Sur l'éprouvette 12, il est possible de localiser le point d'amorçage, mais pas le constituant à l'origine de l'amorçage; sur l'éprouvette 15, un point unique d'amorçage n'a pu être déterminé, c'est toute une zone de dimensions approximatives  $120 \times 250 \mu\text{m}^2$  qui paraît être à l'origine de la rupture par clivage.

Tableau III-8 : Synthèse des observations aux points d'amorçage pour le matériau A

Eprouvette	3	5	12	15
Nature du point d'amorçage	Inclusion	Inclusion	Ponctuel	Zone
Distance au fond d'entaille ( $\mu\text{m}$ )	600	600	300	$\leq 100$
Type d'éprouvette	DF	DF	SF	SF
Température d'essai ( $^{\circ}\text{C}$ )	-40	-65	-45	-65
Energie de rupture (J)	3500	1900	6500	3100
Cristallinité (%)	35	70	10	70

"Ponctuel" : point d'amorçage que l'on peut localiser mais dont on ne peut déterminer la nature

SF Eprouvette avec fraisage Simple Face

DF Eprouvette avec fraisage Double Face

En conclusion, il n'est pas très difficile au MEB de localiser le point d'amorçage de la fissure fragile mais le constituant à l'origine de l'amorçage de fissure n'est pas toujours identifiable. Les seuls constituants facilement reconnaissables sont les inclusions de type alumino-sulfure de calcium.

### 5.1.2. Matériau B

Pour les éprouvettes avec un comportement de transition du second type, l'amorçage fragile principal s'accompagne d'un drapé avec des points d'amorçage multiples comme le montre la Figure III-24. Chacun de ces amorçages est ponctuel. L'orientation de la fissure fragile au voisinage de chaque point d'amorçage est approximativement parallèle au plan de la tôle. La fissure n'est pas ramifiée et tous les points d'amorçage sont bien visibles.

De plus, des plages de rupture fragile plus petites que la fissure fragile principale usuellement appelées structures en pointe de flèche [CEN97] sont également observables et présentent du point de vue micrographique des amorçages de même nature que les précédents (drapé avec points d'amorçage multiples).

Sur une même éprouvette, dix points d'amorçage distincts ont été observés (repère 45). En aucun cas, il n'a été possible d'identifier un constituant plus particulièrement à l'origine de la rupture fragile (Figure III-25).

Deux éprouvettes avec amorçage de la fissure fragile sur l'entaille ont également été étudiées. Il y a dans ce cas un seul amorçage par éprouvette, ponctuel pour l'un d'entre eux, non ponctuel pour l'autre

*Tableau III-9 : Synthèse des observations aux points d'amorçage pour le matériau B  
(éprouvettes BDWTT)*

Eprouvette	16	42	45
Nature du point d'amorçage	zone	ponctuel	ponctuel (x10)
Distance au fond d'entaille	<100	750	NS
Epaisseur d'éprouvette (mm)	13	16	13
Température d'essai (°C)	-40	-60	-20
Energie de rupture (J)	1200	2500	8500
Cristallinité (%)	75	100	10

"Ponctuel" : point d'amorçage que l'on peut localiser mais dont on ne peut déterminer la nature

Quatre faciès de rupture d'éprouvettes Charpy ont également été observées. Dans un cas la fissure initiale est parallèle au plan de la tôle et le point d'amorçage n'est pas visible, Figure III-26. Dans deux autres cas l'amorçage est ponctuel comme observé sur les éprouvettes BDWTT. Dans le dernier cas, on remarque des facettes de clivage de taille très supérieure à la moyenne à proximité du point d'amorçage de la fissure fragile, Figure III-27. Sans être à l'origine directe de l'amorçage de fissure, qui est de type ponctuel, ces facettes indiquent cependant une hétérogénéité microstructurale au voisinage du point d'amorçage.

*Tableau III-10 : Synthèse des observations aux points d'amorçage pour le matériau B  
(éprouvettes Charpy)*

Eprouvette	7	8	10	12
Nature du point d'amorçage	non visible	Ponctuel	Ponctuel	Ponctuel *
Distance au fond d'entaille (µm)	400	900	2000	1100
Température d'essai (°C)	-80	-80	-90	-90
Energie de rupture (J)	22	26	190	56
Cristallinité (%)	100	100	60	100

"Ponctuel" : point d'amorçage que l'on peut localiser mais dont on ne peut déterminer la nature

\* A proximité de facettes de clivage de grande taille traduisant une hétérogénéité de microstructure

La microfractographie ne permet pas d'identifier les constituants à l'origine de la fissure fragile pour le matériau B. La seule conclusion qui peut être tirée de ces observations est donc que, contrairement au matériau A, les inclusions ne semblent pas jouer de rôle dans l'amorçage de la fissure fragile.

## **5.2. Micrographie**

### **5.2.1. Observations sur coupes polies**

Les observations des faciès de rupture, n'ont pas permis d'identifier un constituant plus particulièrement responsable de l'amorçage de la rupture fragile pour le matériau B. Aussi des observations complémentaires sur des coupes polies perpendiculaires au plan de propagation de fissure ont été effectuées pour cet acier.

Sur les éprouvettes rompues de manière fragile, l'observation des clivages jalons<sup>4</sup> situés sous la fissure principale permet de savoir si les fissures traversent préférentiellement certains constituants. On observe ainsi que pour le matériau B, les fissures se propagent transgranulairement dans la ferrite, ce qui constitue une information d'intérêt relativement faible car la microstructure est majoritairement ferritique, (Figure III-28). Il n'est pas possible de mettre clairement en évidence l'influence d'autres phases telles que des îlots bainitiques ou des carbures aux joints de grains.

*Tableau III-11: Conditions et résultats d'essais pour les éprouvettes observées en coupe*

Eprouvette	6	51	52	53
Epaisseur (mm)	16	13	13	13
Comportement de transition	2ème type	2ème type	1er type	2ème type
Distance du site d'amorçage à l'entaille (mm)	35	2	0	2
Température d'essai (°C)	-40	-60	-60	-80
Energie de rupture (J)	8770	4150	1050	3300
Cristallinité (%)	50	95	100	100

Une autre piste consiste à observer la microstructure au voisinage du point d'amorçage de la fissure fragile pour voir si elle diffère du reste de l'éprouvette. Pour ces observations, deux plans de coupe ont été utilisés. Un plan de coupe parallèle au plan de la tôle permet de suivre l'évolution éventuelle de la microstructure le long du trajet de fissure. Un second plan de coupe situé à l'endroit où a lieu l'amorçage de la fissure fragile et perpendiculaire à sa direction de propagation a également été utilisé.

---

<sup>4</sup> On appelle clivages jalons, des microfissures se produisant *en avant* de la pointe de fissure et sans connexion directe au moment où elles surviennent. [LIE71]

Aucune de ces observations n'a permis de détecter un changement de microstructure au sein de l'éprouvette à même d'expliquer l'amorçage de la fissure fragile. En revanche, les microstructures des éprouvettes observées sont très différentes. Elles se distinguent tant par la nature des constituants, que par la taille des grains ferritiques. On note la présence de perlite (Figure III-29) qui n'avait pas été observée précédemment (Chapitre II, paragraphe 2.2.2.) et l'hétérogénéité de taille et de répartition des îlots de bainite. Le résultat majeur est la forte hétérogénéité de taille de grain ferritique au sein de certaines éprouvettes (Figure III-30). On observe ainsi la présence de petits îlots constitués de quelques grains ferritiques de taille beaucoup plus grande que la moyenne, dispersés dans une matrice à grains fins.

Ce résultat mérite d'autant plus d'être souligné que les prélèvements ont été effectués après un chutage métallurgique important tant en rive qu'en tête et pied de tôle, qui sont usuellement les parties les plus hétérogènes d'une tôle. D'autre part, les éprouvettes repérées 51 et 52 ont été prélevées l'une à coté de l'autre lors de la découpe de la tôle. L'hétérogénéité microstructurale est donc forte, même entre zones voisines.

## **5.2.2. Mesures de taille de grain ferritique**

### **5.2.2.1 Objet et méthode**

De nombreux résultats expérimentaux ont mis en évidence que la taille de grain ferritique est un facteur de premier ordre sur la valeur de la contrainte critique de clivage, Figure III-31 [CUR80]. La contrainte critique décroît fortement lors que la taille de grain ferritique croît. Il convient donc de compléter les observations qualitatives faites au paragraphe précédent par des résultats quantitatifs. Des mesures de taille de grain ferritique ont alors été effectuées.

Ces mesures sont effectuées en microscopie optique sur des coupes polies. La taille du champ mesuré est de  $106 \times 106 \mu\text{m}$ . Pour chaque échantillon quatre champs ont été analysés. Sur chacun des champs on utilise cinq lignes interceptrices verticales et cinq lignes interceptrices horizontales, régulièrement espacés. Nous admettrons dans la suite du texte que la longueur d'un intercept est assimilable à la taille de grain ferritique.

### **5.2.2.2 Matériau A**

Pour le matériau A, la microstructure est homogène. Un seul prélèvement a donc été caractérisé. Pour faciliter le dépouillement, les mesures ont été faites à cœur, dans la zone qui contient le moins de perlite, le traitement des images ne permettant pas de traiter aisément les microstructures biphasées. Le taux de perlite, même dans les zones où il est le plus élevé (1/4 épaisseur), étant toujours modeste, ce raccourci expérimental prête peu à conséquence.

Les résultats obtenus sont présentés en figure III-32 et tableau III-12. On retrouve l'allongement des grains dans la direction de laminage, observé précédemment (Chapitre II, paragraphe 2.2.1.). On constate qu'en moyenne la taille de grain est faible (de l'ordre de 5 microns).

*Tableau III-12 : Résultats des mesures de taille de grain pour le matériau A*

Taille de grain $\alpha$ ( $\mu\text{m}$ )	Sens travers court	Sens long	Taille de grain $\alpha$ ( $\mu\text{m}$ )	Sens travers court	Sens long
0-1	0	0	10-11	2	6
1-2	64	13	11-12	3	6
2-3	117	36	12-13	1	2
3-4	111	56	13-14	1	5
4-5	87	66	14-15	0	2
5-6	51	42	15-16	0	1
6-7	41	38	16-17	0	2
7-8	15	29	17-18	0	1
8-9	7	21	18-19	0	0
9-10	6	14	19-20	0	1
<b>Mini</b>	<b>1,04</b>	<b>1,25</b>	<b>Moyenne</b>	<b>3,99</b>	<b>5,74</b>
<b>Maxi</b>	<b>13,07</b>	<b>19,71</b>	<b>Ecart type</b>	<b>2,00</b>	<b>2,97</b>

### 5.2.2.3 Matériau B

Pour le matériau B, la microstructure ne peut être considérée comme homogène. Trois prélèvements correspondant aux éprouvettes précédemment observées (repères 6, 51 et 52) ont été étudiés. La microstructure de l'éprouvette 6 est relativement homogène, les champs mesurés sont donc choisis au hasard. En revanche, les éprouvettes 51 et 52 présentent une microstructure hétérogène avec des plages à gros grains. Ces plages, de petite taille, (quelques grains) sont espacées de plusieurs centaines de microns. Les champs mesurés ont ici été choisis pour être représentatifs des plages à gros grains. Les résultats obtenus sont présentés en Figure III-33 et Tableau III-13.

**Tableau III-13 : Résultats des mesures de taille de grain pour le matériau B**

Taille de grain $\alpha$ ( $\mu\text{m}$ )	Eprouvette 6		Eprouvette 51		Eprouvette 52	
	Travers court	Travers long	*	*	*	*
0-2	57	25	13	5	9	11
2-4	193	111	74	67	67	72
4-6	130	79	50	46	64	60
6-8	69	52	39	39	47	60
8-10	16	39	31	28	31	26
10-12	3	12	20	17	17	16
12-14	4	13	12	8	11	12
14-16	0	5	5	11	8	8
16-18	0	1	4	3	3	8
18-20	0	0	6	9	3	4
20-22	0	3	1	2	5	1
22-24	0	0	1	2	1	1
24-26	0	0	3	2	1	0
26-28	0	0	1	0	0	0
28-30	0	0	1	1	0	0
30-32	0	0	1	1	1	0
32-34	0	0	1	1	0	0
34-36	0	0	0	0	0	1
36-38	0	0	0	0	0	0
38-40	0	0	0	0	1	0
<b>Mini</b>	<b>1,04</b>	<b>1,04</b>	<b>1,25</b>	<b>1,25</b>	<b>1,04</b>	<b>1,04</b>
<b>Maxi</b>	<b>13,70</b>	<b>21,79</b>	<b>33,44</b>	<b>32,16</b>	<b>39,22</b>	<b>35,48</b>
<b>Moyenne</b>	<b>4,22</b>	<b>5,65</b>	<b>7,27</b>	<b>7,73</b>	<b>7,12</b>	<b>6,89</b>
<b>Ecart type</b>	<b>2,13</b>	<b>3,48</b>	<b>5,42</b>	<b>5,56</b>	<b>5,01</b>	<b>4,51</b>

\* : Pour les repères 51 et 52, les mesures ont été faites dans le plan de la tôle et aucune différence n'est perceptible entre les mesures dans les sens long et travers long.

Pour les zones à microstructure homogène, les résultats obtenus sont tout à fait similaires à ceux du matériau A en termes de moyenne, d'écart type et de taille du plus gros grain, bien que les formes des distributions paraissent différentes. On admettra que les résultats sont équivalents.

Pour les plages à gros grains, la longueur moyenne d'un intercept est d'environ 30% supérieure à la taille de grain dans les zones à microstructure plus homogène, à même direction de prélèvement. Par ailleurs dans ces zones à gros grain, les tailles de grain mesurées sont nettement plus dispersées; l'écart type est de 50% supérieur. La différence la plus forte est observée pour la taille du plus gros grain ferritique : un doublement est observé.

Les résultats obtenus, en particulier en terme de moyenne rendent cependant mal compte des observations visuelles qui suggèrent un écart plus important. La zone mesurée comprend en effet de nombreux petits grains et quelques gros grains, qui bien qu'occupant une surface

importante, sont dans une statistique en nombre de grains peu représentés. Il faudrait corriger la statistique, par exemple par la surface des grains pour mieux mettre en évidence l'influence des gros grains.

Il faut de plus noter que la mesure de taille de grain a été effectuée en prenant en compte les sous-joints de grain. Ces sous-joints, mal révélés par l'attaque, ne sont en général visibles qu'à l'intérieur des plus gros grains. On peut donc admettre que la méthode de mesure sous-estime systématiquement la taille des plus gros grains.

Deux relations permettant de calculer la contrainte critique de clivage à partir de la taille de grain sont indiquées en Figure III-31. Nous choisissons d'utiliser la dépendance linéaire proposée par Brozzo. Si l'on considère que la taille des plus gros grains est de 20  $\mu\text{m}$  dans les zones où la microstructure est homogène et de 40  $\mu\text{m}$  dans les plages à grains ferritique de grande taille, les contraintes critiques de clivage des deux zones sont de 1400 et 1000 MPa respectivement. Il paraît donc établi que les plages à gros grains rencontrées au sein du matériau B constituent des zones de moindre ténacité. Sur l'une des éprouvettes étudiées en fractographie, il a par ailleurs été observé des facettes de clivage de très grande taille au voisinage du point d'amorçage de la fissure fragile, Figure III-27.

### 5.3. Mécanismes

La taille de grain ferritique et la taille des carbures évoluent fréquemment de façon parallèle, Figure III-34 a. Il est donc souvent difficile de séparer l'influence sur la ténacité de la taille de grain ferritique de celle de la taille des carbures. Divers modèles publiés ont été compilés par Hahn [HAH84]. On peut retenir l'un des modèles les plus simples, à savoir celui proposé par Curry et Knott [CUR78]. Ces auteurs ont calculé la contrainte critique de clivage à partir de la taille du plus gros carbure observé en appliquant la théorie de Griffith :

$$\sigma_c = 0,798 \cdot K_{Ia}^B \cdot c_0^{-0,5} \quad (\text{III-6})$$

où

$$K_{Ia}^B = \sqrt{\frac{2E\gamma}{1-\nu^2}} \quad (\text{III-7})$$

Avec:	$\sigma_c$	Contrainte critique de clivage de l'acier	$c_0$	taille du plus gros carbure
	$K_{Ia}^B$	Facteur d'intensité de contrainte nécessaire pour franchir l'interface carbure/ferrite		
	E	Module d'Young	$\nu$	Coefficient de Poisson
	$\gamma$	Energie de rupture surfacique au sens de Griffith		

Si on transcrit dans l'équation (III-6) la dépendance de  $c_0$  vis à vis de la taille de grain, on peut, avec des valeurs raisonnables de  $\gamma$ , rendre compte de la l'évolution de  $\sigma_c$  en fonction de la

taille de grain, Figure III-34 b. La dépendance de la contrainte critique de clivage vis à vis de taille de grain ne serait alors qu'apparente, la dépendance effective s'établissant en fonction de la taille des carbures.

Remarquons tout d'abord qu'il a été établi que l'augmentation de la taille de grain ferritique d'une part, et l'augmentation de la taille des carbures d'autre part, dégradent la ténacité indépendamment l'une de l'autre [TSA87]. Nous avons choisi de privilégier l'influence de la taille de grain. En effet, en microscopie électronique à balayage, la taille des plus gros carbures intergranulaires est nettement inférieure au micron<sup>5</sup>. Par ailleurs si, pour la plupart des procédés industriels, l'évolution de la taille de grain ferritique et celle de la taille des carbures sont simultanées, c'est la première qui contrôle la seconde et non l'inverse. Du point de vue pratique, on ne peut donc espérer améliorer la ténacité de l'acier produit sans maîtriser la taille de grain ferritique.

Bien que le mécanisme de formation des plages à gros grains n'ait pas été étudié, on peut cependant retenir l'hypothèse d'une précipitation hétérogène du niobium et du vanadium observée pour des aciers similaires [DUF91]. Si la température de laminage est de peu supérieure à la température de précipitation des carbures de niobium et vanadium, la précipitation a lieu dans une austénite dont la recristallisation statique est partielle. Les dislocations constituant des sites potentiels de germination, la précipitation sera moindre dans les zones recristallisées. Les précipités fins de niobium et vanadium formés dans l'austénite jouant un rôle majeur dans le contrôle de la taille de grain ferritique, la croissance du grain ferritique est largement facilitée dans les zones peu précipitées.

## **6. Résumé du chapitre et mécanisme proposé**

Deux types de comportement de transition ont été mis en évidence. Le premier se caractérise par la propagation d'une fissure d'abord fragile puis ductile, alors que le second se caractérise par le processus inverse : la fissure se propage de manière d'abord ductile puis fragile. Le matériau A ne présente que le premier type de comportement. Le matériau B présente très majoritairement le comportement du second type.

Des essais instrumentés ont permis d'étudier la dissipation d'énergie lors de la propagation d'une fissure ductile. Une relation linéaire entre dissipation d'énergie et longueur du ligament non rompu a été mise en évidence. Ces résultats ont été utilisés pour établir un modèle de

---

<sup>5</sup> Il aurait, bien entendu été souhaitable de pouvoir quantifier plus précisément cette observation, par une étude statistique.

consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT qui permet de rendre compte des deux types de comportement.

La différence entre les deux types de comportement ne réside pas dans la façon dont est dépensée l'énergie, mais dans l'instant où s'amorce la rupture fragile. En particulier, lorsqu'elle s'amorce après une brève propagation ductile, l'énergie de rupture et la cristallinité peuvent être simultanément élevées.

Du point de vue micromécanique, l'amorçage de la rupture fragile a lieu lorsque la contrainte principale maximale en un point de l'éprouvette dépasse la contrainte critique de clivage du matériau. La contrainte critique de clivage et les facteurs influant sur le champ de contrainte (évolution du comportement avec la température et la vitesse de déformation, entaillage) ont été étudiés pour les deux matériaux. Ces derniers facteurs n'évoluant pas de façon sensiblement différente pour les deux aciers, seule une différence de contrainte critique de clivage peut expliquer la différence de comportement de transition observée.

Cette contrainte critique n'a pu être estimée qu'imparfaitement. Pour le matériau A, les essais réalisés ne sont pas exploitables en raison des délaminages. Pour le matériau B peu d'essais ont été réalisés. Les résultats obtenus ne sont pas en nombre suffisant pour être exploités quantitativement. Ils indiquent néanmoins une dispersion importante sur la contrainte critique de clivage.

Les observations micrographiques ont mis en évidence une forte hétérogénéité de la microstructure, qui confirme la dispersion des résultats de contrainte critique de clivage mise en évidence par les résultats des essais mécaniques (Charpy et AE). On observe en particulier des grossissements locaux du grain ferritique, dont l'effet néfaste sur la contrainte critique de clivage a largement été établi par ailleurs.

Le mécanisme le plus probable pour expliquer le comportement de transition du second type dans le cas du matériau B est donc celui de la présence de microzones fragiles (quelques dizaines de microns) dispersées dans une matrice plus tenace avec une distance interzones de plusieurs centaines de microns. La contrainte critique nécessaire pour amorcer une fissure de clivage est plus faible dans les zones à gros grains ferritiques que dans le reste de l'éprouvette. Le champ de contraintes en pointe d'une fissure ductile en cours de propagation peut ainsi être suffisant pour amorcer une fissure fragile dans ces zones, alors qu'il ne l'est pas pour amorcer une fissure fragile dans le reste de l'éprouvette. L'éprouvette BDWTT étant de grande taille, elle peut englober de nombreuses microzones plus ou moins fragilisantes. On observerait l'amorçage d'une fissure fragile lorsque la fissure ductile traverse une telle microzone de ténacité suffisamment basse. L'amorçage d'une fissure fragile directement sur l'entaille peut

également avoir lieu, si une microzone de faible ténacité se trouve au proche voisinage de l'entaille. Le mécanisme proposé rend ainsi bien compte des observations expérimentales.

Du point de vue de l'interprétation d'un essai BDWTT, un acier présentant le comportement de transition du second type est vraisemblablement de ténacité hétérogène.<sup>6</sup> L'essai BDWTT permet de mettre en évidence cette hétérogénéité beaucoup plus clairement que l'essai Charpy, car du fait de sa taille l'éprouvette permet de solliciter un beaucoup plus grand volume de matière. Au regard de ces résultats, la décision de l'API visant à refuser les éprouvettes présentant un comportement de transition du second type est tout à fait fondée.

---

<sup>6</sup> Si on admet que les résultats obtenus pour le matériau B, peuvent également avoir une valeur plus générale.

## 7. Bibliographie du chapitre

- [API96] American Petroleum Institute "*Recommended practice for conducting Drop Weight Tear Tests on line pipe*" API Recommended Practice 5L3 3<sup>e</sup> édition, février 1978.
- [CEN97] Comité Européen de Normalisation du Fer et de l'Acier "*Matériaux métalliques - Essai de chute de masse*" Projet EN10274, TC29/SC9, 1997.
- [BER83] F. M. Beremin "*A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel*" Metallurgical Transactions, Vol. 14A, pp. 2277-2287, novembre 1983
- [BUI94] C. Buirette, "*Modélisation de l'entaillage et de la rupture d'une éprouvette BDWTT*" Rapport de stage de DEA, Laboratoire de Mécanique de Lille, 1994.
- [CLE93] O. Cleizergues, M. Di Fant, C. Roux "*Measure of the fracture energy of a BDWTT specimen during impact loading*" Proceedings of the 9th PRC / EPRG Meeting - American Gas Association Ed. Vol. 1, Session 4 Paper 23, pp. 23-1, 23-10, 1993.
- [COT58] A.H. Cottrell "*Theory of brittle fracture in steels and similar metals*" Trans. AIME, Vol 212, pp 192-203, 1958.
- [CUR80] D. A. Curry "*Cleavage micromechanisms of crack extension in steels*" Metal Science Vol 14 n° 8-9 pp 319-326, 1980.
- [CUR78] D. A. Curry, J. F. Knott, Metal Science, Vol. 12, p. 511, 1978.
- [DIF95] M. Di Fant, H. Carius, G. Carollo, O. Cleizergues, V. Le Coq, F. Mudry "*Local approach to brittle fracture : discussion of the effects of temperature and strain on the critical cleavage stress*" Actes de "2nd Griffith conference on micromechanisms of fracture and their structural significance", Sheffield, 13-15 septembre 1995
- [DUF91] J. P. Dufour, J. Ranson, E. Collier "*Compte rendu d'essai d'essai d'un laminage en configuration ITF/ITM*" Rapport CRDM 91-09-108 M, 1991.
- [ESI95] ESIS "*Draft procedure to measure and calculate local fracture criteria using notched tensile specimens*" ESIS P6-94D, version 3.0, 1995.
- [HAH59] G. T. Hahn, B. L. Averbach, W.S. Owen, M. Cohen "*Initiation of cleavage microcracks in Polycrystalline Iron and Steel*", Frature pp. 91-146, B. L. Averbach, G. T. Hahn et al. Eds; J. Wiley & sons, New York, 1959.

- [HAH84] G. T. Hahn *"The influence of microstructure on brittle fracture toughness"* Metallurgical Transactions, Vol. 15A, pp. 947-959, 1984.
- [KAS76] H. Kashimura, M. Ogasarawa, H. Mimura *"Modifying the drop weight tear test for tough pipeline steels"* Metal Progress pp.58-62, novembre 1976.
- [JUN79] G. Junker, G. Vogt *"Einfluss der kerbbeschaffenheit im fallgewichtsversuch nach Battelle auf die übergangstemperatur bei hochzählen feinkornbaustählen"* Stahl und eisen 99 n°7, pp 352-357, avril 1979.
- [JUN93] G. Junker, G. H. Vogt *"Comparison of test results from chevron notch DWTT specimens with those from pressed notch specimens"*, Proceedings of the 9th PRC / EPRG Meeting - American Gas Association Ed. Vol. 1, Session 4 Paper 24, pp. 24-1, 24-12, 1993.
- [LIE71] H. De Leiris *"Métaux et alliages, Tome 1 Propriétés générales, méthodes d'essais, procédés d'élaboration"* pp 84-86, Masson et Cie, éd., 1971.
- [LON93] P. Longuemare, *"Modélisation numérique d'une éprouvette en tôle forte pour essai BDWTT, sur logiciel ABAQUS"* Rapport de stage de DEA, LML, 1993.
- [MUD94] F. Mudry, M. Di Fant, *"A round robin on the measurement of local criteria for fracture"* Rapport CECA EUR 15352 EN, 1994.
- [NOZ81] N. Nozaki, K. Bessyo, Y. Sumitomo, I. Takeuchi, A. Yamashita *"Drop weight tear test (DWTT) on the high toughness linepipe steel"*, The Sumitomo Search N° 26, pp 76 à 90, novembre 1981
- [PRI81] A.H. Priest, B. Holmes *"A multi test piece approach to the fracture characterisation of linepipe steels"* International Journal of Fracture, Vol. 17, n° 3, pp. 277-299, juin 1981.
- [RIT73] R.O. Ritchie, J.F. Knott, J.R. Rice *"On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel"* J. Mech. Phys. Solids, Vol 21, pp. 395-410, Pergamon Press, 1973.
- [SMI66] E. Smith *"The nucleation and growth of cleavage microcracks in mild steel"* Proceedings de la conférence "Physical basis of yield and fracture", (Inst. Phys. & Phys. Soc.) pp 36-46, Londres 1966.
- [STR54] A.N. Stroh *"The formation of cracks as a result of plastic flow"* Proc. Roy. Soc., Londres, Vol. A 223 pp 404-414, 1954.
- [TSA87] Tsann Lin, A. G. Evans, R. O. Ritchie *"Stochastic Modeling of the independendant roles of particle size and grain size in transgranular cleavage fracture"* Metallurgical Transactions, Vol; 18A, pp. 641-651, 1987.

[TUR90] C.E. Turner "*A re-assessment of ductile tearing resistance. Part I and II*"  
Proceedings of the ECF8 conference on fracture behaviour and design of  
materials and structures, pp. 933-968, Turin 1990.

## **CONCLUSION GENERALE**



## CONCLUSION GENERALE

L'objectif de cette étude était de comprendre le comportement anormal de transition de certains aciers bas carbone pour tubes lors de l'essai BDWTT. Dans une plage de température donnée, les éprouvettes testées présentent simultanément des faciès de rupture fragiles et des énergies de rupture très élevées. Bien que les normes ne demandent pas de mesurer l'énergie de rupture lors d'un essai BDWTT, il importe cependant de comprendre ce comportement inhabituel. Le problème a été abordé en comparant les propriétés d'un acier présentant ce comportement inhabituel à celles d'un acier de référence.

Deux aciers au carbone-manganèse, microalliés au niobium et vanadium ont été choisis. L'acier A est obtenu par un schéma de laminage à trois phases terminé dans le domaine intercritique; c'est un acier industriel choisi ici comme référence. L'acier B est obtenu par un schéma de laminage à deux phases terminé dans le domaine austénitique suivi d'un refroidissement accéléré doux (RAD) : il s'agit d'un acier expérimental. Le premier schéma de laminage produit une structure du type ferrito-perlitique en bandes. Pour le second schéma, l'utilisation d'un refroidissement accéléré doux (RAD) provoque l'apparition de structures de trempe et la microstructure résultante peut être qualifiée de ferrito-bainitique. Les propriétés mécaniques des deux aciers (traction, Charpy et dureté) sont voisines.

En revanche, ces aciers se distinguent par leurs propriétés BDWTT. Pour l'acier A, les courbes de transition obtenues sont caractéristiques du comportement usuel de transition d'aciers ferritiques. Pour l'acier B, dans une plage de température donnée, on observe conjointement des faciès de rupture d'apparence fragile et des énergies de rupture très élevées.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

1. Les deux aciers présentent deux comportements de transition distincts. Le premier type de comportement se caractérise par une propagation de fissure initialement fragile puis ductile, c'est celui des éprouvettes de l'acier A. Pour le second type de comportement, le mécanisme est inversé : la fissure se propage d'abord de façon ductile puis fragile, c'est le comportement observé pour la majorité des éprouvettes de l'acier B.

2. Pour une propagation de fissure entièrement ductile, une relation linéaire a été obtenue, au cours de l'avancée de fissure, entre la consommation d'énergie par unité de surface et la longueur de ligament non rompu. Cette relation complète les résultats précédemment obtenus par Priest et Holmes [PRI81], qui avaient observé une dépendance similaire de l'énergie totale de rupture par unité de surface et la longueur de ligament pour des éprouvettes avec des longueurs d'entaille initiales différentes. Par ailleurs, on observe une consommation d'énergie équivalente au tiers de l'énergie totale avant propagation de fissure (énergie d'amorçage).

3. Un modèle de consommation d'énergie au cours de l'essai BDWTT a été proposé. Il permet de décrire les deux comportements de transition, en ne tenant compte que de l'énergie consommée par la fissuration ductile. Seul l'instant d'amorçage de la rupture fragile distingue les deux comportements de transition. Une forte énergie de rupture et une forte cristallinité peuvent être simultanément mesurées lorsqu'une fissure ductile qui a consommé une énergie importante pour s'amorcer, ne se propage que sur une courte distance avant l'amorçage de la fissure fragile.

4. Les conditions d'amorçage de la fissure fragile ont été étudiées par une approche locale. Nous avons déterminé l'évolution des propriétés de traction en fonction de la température et de la vitesse de déformation, mesuré la contrainte critique de clivage et analysé les effets liés à l'entaillage de l'éprouvette. De même que l'évolution des propriétés de traction, l'effet de l'entaillage est similaire pour les deux aciers. Seule une différence de contrainte critique de clivage semble donc pouvoir expliquer la différence de comportement. La contrainte critique de clivage n'a pu être qu'imparfaitement mesurée : pour l'acier A, l'amorçage de délaminations en cours d'essai rend les essais inexploitable; pour l'acier B, seul un petit nombre d'essais a pu être réalisé. Bien qu'en nombre insuffisant, ils révèlent que la contrainte critique de clivage est anormalement dispersée.

5. Une étude fractographique et microstructurale a permis de vérifier l'hypothèse précédente. On observe que la microstructure de l'acier B est fortement dispersée avec en particulier des plages de gros grains ferritiques, qui sont ponctuellement fragiles. Le mécanisme proposé est que l'amorçage de la fissure fragile au cours de la propagation de la fissure ductile corresponde à l'entrée de la fissure ductile dans une telle zone fragile.

Sur un plan plus général, les conclusions et perspectives qui peuvent être tirées de ces résultats sont les suivantes :

1. Du point de vue normatif, la dernière révision de la norme API interdit à présent de dépouiller des éprouvettes présentant un faciès de rupture du second type. Les

résultats obtenus ici confortent cette décision. Les fortes énergies mesurées pour des éprouvettes de faciès fragile ne traduisent pas une amélioration de la ténacité de l'acier. Au contraire, l'amorçage fragile en cours de propagation ductile est, pour le matériau étudié ici, révélateur d'une hétérogénéité de ténacité, qui peut être dangereuse du point de vue pratique.

2. Le comportement de transition du second type est dû à la dispersion de la microstructure de l'acier B. Il faut donc revoir le schéma de laminage de cette famille d'aciers pour obtenir une microstructure homogène et reproductible. Industriellement, ce résultat a déjà été obtenu en augmentant les vitesses de refroidissement, ce qui permet d'obtenir des microstructures entièrement bainitiques présentant de bonnes propriétés de ténacité, et constitue l'une des voies actuellement les plus prometteuses pour le développement de nouvelles nuances d'aciers pour tubes [VAS97].

3. L'étude aurait pu être approfondie en mesurant plus finement la contrainte critique de clivage, en étudiant de façon plus poussée la microstructure et en corrélant mieux les résultats dans ces deux axes d'étude. Elle pourrait se poursuivre d'un point de vue plus fondamental par une analyse plus fine des mécanismes de rupture permettant de dissocier les effets liés à la taille des carbures de ceux liés à la taille des grains ferritiques, sans oublier le rôle des inclusions. Pour être applicable aux aciers à bas carbone modernes les travaux effectués devraient porter sur des aciers à carbures et grains ferritiques plus fins que ceux pour lesquels ont été développés les modèles que nous utilisons aujourd'hui.

### Références Bibliographiques

- [VAS97] E. Vasseur, M. Di Fant, A. Daniélou, A. Streißelberger, "*Relations structure-propriétés dans les aciers bainitiques à basse teneur en carbone pour tôles fortes à haute limite d'élasticité*" Actes de 39<sup>th</sup> Mechanical working and steel processing conference, Indianapolis, 19-22 Octobre 1997.



## RESUME

L'essai BDWTT (Battelle Drop Weight Tear Test) est utilisé pour quantifier le phénomène de transition fragile-ductile des aciers pour tubes car ses résultats sont très bien corrélés au comportement de la conduite en service.

En règle générale, ces aciers présentent deux modes de rupture bien distincts : la rupture fragile qui consomme très peu d'énergie, le faciès de rupture présente alors un aspect "cristallin" caractéristique, et la rupture ductile qui consomme une forte énergie, le faciès de rupture est alors d'aspect "soyeux".

Le but de l'étude est de comprendre les résultats de l'essai BDWTT obtenus pour certains aciers expérimentaux pour lesquels on observe un nouveau mode de rupture caractérisé par une énergie de rupture élevée, associée à des faciès de rupture d'aspect fragile.

Dans un premier temps, une étude bibliographique, relative à l'intérêt et l'emploi de l'essai BDWTT, met en évidence les raisons du choix de l'essai BDWTT par les utilisateurs de tubes.

Le problème est ensuite traité suivant une démarche comparative. Deux aciers sont utilisés : le premier présente le comportement de transition usuel, le second présente l'anomalie de comportement de transition. Ces aciers, de propriétés mécaniques similaires, sont produits suivant des schémas de laminage différents. Les moyens et méthodes d'essais BDWTT sont décrits et étudiés. La mesure des propriétés BDWTT usuelles est complétée par l'instrumentation de l'essai qui en permet une compréhension plus fine.

Enfin, un modèle simple de consommation de l'énergie de rupture au cours de l'essai BDWTT est proposé. Il permet de rendre compte, du point de vue mécanique, des deux comportements de transition observés. Les conséquences de l'anomalie de comportement de transition sur les propriétés de service sont alors discutées. Pour comprendre le rôle du matériau sur le comportement de transition, une approche locale de la rupture fragile est utilisée. Elle est complétée par une approche métallurgique.