

**UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA**

**Faculté des Sciences de l'Ingénieur**

Département de Mécanique

## **MEMOIRE DE MAGISTER**

Spécialité : science des matériaux

ETUDE DU COMPORTEMENT A CHAUD

DE L'ACIER MICROALLIE « X60 »

Par:

**Nacer-Eddine TITOUCHE**

Devant le jury composé de :

|                |                              |            |
|----------------|------------------------------|------------|
| N. BACHA       | Professeur, U. de Blida      | Président  |
| M. HADJI       | Professeur, U. de Blida      | Rapporteur |
| M. BOUABDALLAH | Professeur, ENP              | Examineur  |
| A. BRAHIMI     | Chargé de Cours, U. de Blida | Examineur  |

Blida, mai 2005

## RESUME

Le comportement à haute température d'un acier microallié au Nb, V et Ti a été investi par des testes de traction uniaxiale à des températures variant entre 750°C et 900°C et des vitesses de déformation initiales variant entre  $10^{-2}$  et  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Cette investigation a permis d'établir le relief des niveaux de déformations maximales et de cerner les valeurs de la température et de la vitesse de déformation ayant conduit à une déformation optimale. Une élongation maximale d'environ 232% a été obtenue à la vitesse de déformation initiale de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> et à la température de 790°C. Les différents testes conduits sur cet acier montrent que le phénomène de striction, très apparent à la température ambiante, se trouve estompé à haute température. A l'échelle microstructurale, l'observation des faciès de rupture, au microscope électronique à balayage (MEB), révèle clairement la disparition à haute température des cavités créées autour des particules solides de Ti et d'Al à la température ambiante. Une stabilité remarquable de la taille de grain est observée lors de la déformation à haute température. Par ailleurs, nous avons pu constater que dans les mêmes conditions d'essai, le X60 a exhibé un meilleur comportement après avoir subi un traitement thermomécanique. La déformation est passée de 232% à 257% et la charge maximale est passée de 70 MPa à 49.5 MPa.

Mots clés : traction à chaud, acier microallié, élongation totale, vitesse de déformation, haute température, taille de grain.

X60  
900 750  
790 232%  
 $10^{-4}$   $10^{-2}$   $10^{-3}$

MEB

|               |     |             |                 |
|---------------|-----|-------------|-----------------|
|               | Al  | Ti          |                 |
|               |     |             |                 |
|               | X60 |             |                 |
| <b>MPa 70</b> |     | <b>%257</b> | <b>%232</b>     |
|               |     |             | <b>MPa 49.5</b> |
|               |     |             | :               |

### ABSTRACT

The high temperature behavior of a high strength low alloy steel (Nb, V and Ti) is investigated by uniaxial traction tests in the temperature range of 750°C – 900°C and initial strain rate range of  $10^{-2}$  -  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. This investigation allowed us to carry out the relief of the levels of deformation picks and permit us in the same time to localise temperature and strain rate deformation values at which the material performs optimal deformation. A maximum elongation of 232% is obtained at initial strain rate deformation of  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> and temperature of 790°C. The necking phenomenon, which is accentuated in the ambient condition of temperature test, is largely stopped at high temperature. Also, at microstructural scale, the SEM observations operated on fracture surfaces reveal the annihilation at high temperature of the cavities created around solid particles of Ti and Al at ambient temperature. The material seems to exhibit a quite stable microstructure after testing at high temperature; no change in size of the grain is noted. On another hand, we have established that: tested in the same conditions, the X60 performs a better behaviour after have been thermomechanically treated. The deformation is upgraded from 232% to 257% and the maximum stress developed by sample is decreased from 70 MPa to 49.5 MPa.

Key words: high temperature traction, microalloyed steel, total elongation, strain rate deformation, high temperature, grain size.

## **REMERCIEMENTS**

Mes remerciements vont à l'adresse de tous ceux qui, de près ou de loin, ont aidé à la concrétisation de ce travail.

Je remercie Dieu pour m'avoir permis d'aller jusqu'au bout de ce mémoire, mes parents pour leurs honnêtes et infaillibles sacrifices, mon épouse pour son soutien inépuisable et l'indéniable rôle qu'elle joue dans ma vie et mes enfants pour leur patience et leur tolérance.

Je voudrais remercier particulièrement mon promoteur, Monsieur M. HADJI, pour le soutien prodigué tout au long du parcours de cette étude et lui exprimer toute ma reconnaissance et toute ma gratitude pour avoir encadré ce travail et pour la confiance qu'il m'a accordé, ses conseils et ses encouragements.

Je remercie également monsieur N. BACHA pour avoir accepté de présider le jury et messieurs M. BOUABDALLAH et A. BRAHIMI pour avoir accepté de prendre part à ce jury. Je les remercie tous pour avoir accepté de mettre leur savoir et leur expérience au profit de ce mémoire.

Je voudrais associer à ces remerciements monsieur T. SAHRAOUI, pour avoir été un vecteur dans la relance de ce mémoire de Magistère.

Je remercie les Directions du CRNB antérieures et actuelle, l'équipe de l'atelier mécanique et de chaudronnerie, tous mes collègues de travail et particulièrement D. MEFTAH, H. BOUCHERIT, A. HAMMACHE, N. BARBECHE et S. ABDELAZIZ.

Je remercie Monsieur SOUAMI du CRNA et l'équipe en charge de la microscopie optique et électronique de la Division DMCN du CRND pour la disponibilité affichée à chaque sollicitation.

Je remercie le staff administratif de SIDER, pour avoir mis à ma disposition la quantité de matériau nécessaire.

Que tous ceux que je n'ai pas nommément cités, trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et mon salut éternel.

## TABLE DES MATIERES

|   |    |
|---|----|
| RESUME  |    |
| REMECIEMENTS  |    |
| TABLE DES MATIERES  |    |
| LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX                                       |    |
| INTRODUCTION  | 12 |
| 1. GENERALITES  | 14 |
| 1.1. Problèmes d'assemblage en construction mécanique                                 | 14 |
| 1.2. Sûreté et durée de vie des Installations nucléaires                              | 17 |
| 1.3. Nouvelles méthodes d'Assemblage et leurs limites                                 | 22 |
| 1.4. La SP comme solution de rechange   | 24 |
| 2. LA SUPERPLASTICITE   | 25 |
| 2.1. Définition   | 25 |
| 2.2. Historique   | 26 |
| 2.3. La réalité pratique  | 27 |
| 2.4. Etat actuel et orientations futures  | 29 |
| 3. ASPECTS FONDAMENTAUX DE LA SUPERPLASTICITE   | 30 |
| 3.1. Types de superplastocités  | 30 |
| 3.2. Caractère général  | 30 |
| 3.3. Structure des matériaux superplastocés « FSS »                                   | 33 |
| 3.4. Mécanismes de la déformation superplastoc  | 36 |
| 3.5. Evolution structurale  | 41 |
| 3.6. Facteurs influençant le comportement SP  | 42 |
| 3.7. L'optimisation de la vitesse de l'écoulement superplastoc dans les matériaux FSS | 43 |
| 4. LE X60, UN ACIER MICROALLIE A HAUTE LIMITE ELASTIQUE                               | 47 |
| 4.1. Les aciers microalliés à haute limite élastique (AHLE)                           | 47 |
| 4.2. L'Acier X60  | 55 |
| 4.3. Fabrication des aciers à haute limite élastique au niveau du complexe SIDER      | 56 |
| 5. EXPERIENCE (matériau à l'état reçu)  | 58 |
| 5.1. Matériau et éprouvette d'essai   | 58 |
| 5.2. Protocole expérimental   | 59 |
| 5.3. Dispositif expérimental  | 60 |
| 6. RESULTATS  | 66 |
| 6.1. Résultats d'essais à température ambiante  | 66 |
| 6.2. Résultats d'essais à haute température   | 67 |
| 6.3. Optimisation des résultats d'essais à haute température                          | 71 |

|   |     |
|---|-----|
| 7. DISCUSSION DES RESULTATS                         | 75  |
| 7.1. Nature des courbes contraintes-déformations    | 75  |
| 7.2. Variation de la ductilité                      | 78  |
| 7.3. Le facteur m                                   | 81  |
| 7.4. Evolution microstructurale                     | 84  |
| 7.5. La fractographie                               | 85  |
| 8. EXPERIENCE (matériau traité)                     | 92  |
| 8.1. Matériau                                       | 92  |
| 8.2. Protocole expérimental                         | 92  |
| 8.3. Géométrie des éprouvettes                      | 92  |
| 8.4. Dispositif expérimental                        | 93  |
| 9. RESULTATS ET DISCUSSIONS (matériau traité)       | 94  |
| 9.1. Résultats                                      | 94  |
| 9.2. Nature de la courbe contrainte-déformation     | 94  |
| 9.3. L'effet du forgeage sur le comportement du X60 | 96  |
| CONCLUSION  | 97  |
| APPENDICE   |     |
| A. Liste des Symboles                               | 99  |
| REFERENCES  | 101 |

## LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

|               |  |    |
|---------------|--|----|
| Figure 1.1 :  | Centrale Nucléaire Type PWR.   | 17 |
| Figure 1.2 :  | Grands moyens mis en jeu pour la soudure d'une cuve d'un réacteur nucléaire.   | 18 |
| Figure 1.3 :  | Apparence d'une soudure sur une conduite de réfrigérant d'un réacteur nucléaire.   | 18 |
| Figure 1.4 :  | Réduction du nombre de liaisons soudées.   | 21 |
| Figure 1.5 :  | Système de réalisation du joint laminé.  | 22 |
| Figure 3.1 :  | Comparaison entre le comportement plastique et superplastique.   | 31 |
| Figure 3.2 :  | Processus de déformation unitaire.   | 36 |
| Figure 3.3 :  | Photographie montrant le changement de configuration des joints de grains.   | 36 |
| Figure 3.4 :  | Accommodation nécessaire lors du déplacement des grains de leur position initiale à l'étape intermédiaire.   | 37 |
| Figure 3.5 :  | Glissement des joints de grains.   | 37 |
| Figure 3.6 :  | Constitution de bandes de glissement de joints de grains coopératifs.  | 38 |
| Figure 3.7 :  | CGBS Durant la déformation superplastique: (a) fine structure de l'alliage Zn-22%Al, (b) schéma de la bande de cisaillement dans la phase initiale de la déformation SP ( $\varepsilon = 3\%$ ). | 39 |
| Figure 3.8 :  | "Cooperative grain boundary sliding" dans un tricristal d'Al: (a) formation d'une poche (plis), (b) ajustement fin d'un joint de grain via la migration, (c) migration d'un joint de grain.      | 39 |
| Figure 3.9 :  | Schéma logique montrant les caractéristiques des matériaux Superplastique.   | 40 |
| Figure 3.10 : | Schéma théorique de l'augmentation de la vitesse de déformation par l'agissement sur des paramètres microstructuraux.  | 43 |
| Figure 3.11 : | Influence de la température, la taille de grain et l'espacement interparticules $\lambda$ sur la vitesse de déformation superplastique.  | 45 |
| Figure 4.1 :  | Augmentation de la limite élastique en fonction des teneurs des différents éléments en solution solide dans le fer.  | 48 |

|               |  |    |
|---------------|--|----|
| Figure 4.2 :  | Influence de la teneur en C sur A% à la rupture d'éprouvette entaillée de traction.  | 49 |
| Figure 4.3 :  | Relation entre A% à la rupture et Re pour deux niveaux de teneur en C.   | 49 |
| Figure 4.4 :  | Evolution du diamètre moyen du grain en fonction de la température pour un acier au Nb et un autre sans Nb.  | 51 |
| Figure 4.5 :  | Modifications du grain austénitique durant le laminage contrôlé.   | 52 |
| Figure 4.6 :  | Evolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de refroidissement après un laminage contrôlé.  | 54 |
| Figure 5.1 :  | Dessin coté de l'éprouvette utilisée dans les essais de traction à chaud.  | 58 |
| Figure 5.2 :  | Photo de l'éprouvette destinée aux essais de traction à chaud.   | 58 |
| Figure 5.3 :  | Vue générale de installation.  | 59 |
| Figure 5.4 :  | Photo de l'unité de commande de l'installation.  | 60 |
| Figure 5.5 :  | Schéma du système d'amarrage des éprouvettes.  | 61 |
| Figure 5.6 :  | Photo du système d'amarrage avec corps d'épreuve à l'intérieur.  | 61 |
| Figure 5.7 :  | Photos du four INSTRON 5.F375D.  | 62 |
| Figure 5.8 :  | Photo de l'ISATC.  | 62 |
| Figure 5.9 :  | Courbes Température = f (temps) Pour deux thermocouples d'asservissement et un thermocouple de contrôle de la température des éléments chauffants. | 63 |
| Figure 5.10 : | Photo du système de refroidissement au dessus du four.   | 64 |
| Figure 6.1 :  | Courbe $\sigma = f(\epsilon)$ du X60 testé dans le sens du laminage en traction et à température ambiante.   | 65 |
| Figure 6.2 :  | Courbe $\sigma = f(\epsilon)$ du X60 testé dans le sens $\perp$ au sens du laminage en traction et à température ambiante.                         | 65 |
| Figure 6.3 :  | Microstructure du X60 à l'état livré 500X  | 66 |
| Figure 6.4 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, $T=750^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{s}^{-1}$  | 66 |
| Figure 6.5 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, $T=750^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$  | 66 |
| Figure 6.6 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60 $T=750^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$ .                                       | 67 |
| Figure 6.7 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, $T=800^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{s}^{-1}$  | 67 |



|               |  |    |
|---------------|--|----|
| Figure 6.8 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, T=800°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$   | 67 |
| Figure 6.9 :  | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, T=800°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$   | 67 |
| Figure 6.10 : | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, T=850°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{s}^{-1}$   | 68 |
| Figure 6.11 : | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, T=850°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$   | 68 |
| Figure 6.12 : | Courbe de traction à chaud de l'acier X60, T=850°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{s}^{-1}$   | 68 |
| Figure 6.13 : | Evolution du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation aux températures 750°C, 800°C, 850°C.  | 69 |
| Figure 6.14 : | Evolution du taux de déformation en fonction de la température aux vitesses de déformation $10^{-4} \text{s}^{-1}$ , $10^{-3} \text{s}^{-1}$ , $10^{-2} \text{s}^{-1}$ . | 69 |
| Figure 6.15 : | Evolution de la contrainte en fonction de la température aux vitesses de déformation de $10^{-4} \text{s}^{-1}$ , $10^{-3} \text{s}^{-1}$ , $10^{-2} \text{s}^{-1}$ .    | 69 |
| Figure 6.16 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 810°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 70 |
| Figure 6.17 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 825°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 70 |
| Figure 6.18 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 775°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 70 |
| Figure 6.19 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 70 |
| Figure 6.20 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 875°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 71 |
| Figure 6.21 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 900°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 71 |
| Figure 6.22 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 2.10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 71 |
| Figure 6.23 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 1,4.10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 71 |
| Figure 6.24 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 1,2.10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 72 |
| Figure 6.25 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 72 |
| Figure 6.26 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à T = 790°C et $\dot{\epsilon} = 0,8.10^{-3} \text{s}^{-1}$ .  | 72 |

|               |   |    |
|---------------|---|----|
| Figure 6.27 : | Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à $T = 790^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\varepsilon} = 0,6.10^{-3}\text{s}^{-1}$ .   | 72 |
| Figure 6.28 : | Evolution du taux de déformation en fonction de la température à $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .   | 73 |
| Figure 6.29 : | Evolution du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation à la température de $790^{\circ}\text{C}$ .   | 73 |
| Figure 6.30 : | Représentation spatiale de l'évolution du taux de déformation en fonction de la température et la vitesse de déformation.   | 73 |
| Figure 7.1 :  | Courbes contrainte – déformation obtenues de la sollicitation de l'acier X60 à la température de $790^{\circ}\text{C}$ et à différentes vitesses de déformation.  | 74 |
| Figure 7.2 :  | Courbes contraintes – déformations obtenues de la sollicitation de l'acier X60 à la vitesse de déformation de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ et à différentes températures.   | 75 |
| Figure 7.3 :  | Effet de l'augmentation de la température et la réduction de la vitesse de déformation sur la phase d'écrouissage de l'acier.   | 76 |
| Figure 7.4 :  | Variation du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation à la température constante de $790^{\circ}\text{C}$ .   | 77 |
| Figure 7.5 :  | Variation du taux de déformation en fonction de la température à la vitesse de déformation constante de $10^{-3}\text{s}^{-1}$ .  | 78 |
| Figure 7.6 :  | Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation à $790^{\circ}\text{C}$ .   | 80 |
| Figure 7.7 :  | Variation du facteur de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation en fonction de la vitesse de déformation à $790^{\circ}\text{C}$   | 81 |
| Figure 7.8 :  | Variation du rapport vitesse de déformation réelle / vitesse de déformation nominale en fonction de la déformation réelle pour un alliage d'Aluminium testé à $748\text{K}$ à des vitesses de déformation nominales de $10^{-3}, 10^0, 10^2\text{s}^{-1}$ . | 82 |
| Figure 7.9 :  | Microstructure du X60 sollicité en traction à $790^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3}\text{s}^{-1}$ .   | 83 |
| Figure 7.10 : | Aspect de la microstructure du X60 sollicité en traction à $790^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3}\text{s}^{-1}$ au niveau de différentes sections, allant de la zone de rupture à la zone de raccordement.   | 84 |
| Figure 7.11 : | Fractographie du X60 testé en traction à température ambiante X400.   | 84 |
| Figure 7.12 : | Particules de Titane logées à l'intérieur des cavités.  | 85 |
| Figure 7.13 : | Spectre d'analyse ponctuelle des particules à base de Titane.   | 85 |

|   |    |
|---|----|
| Figure 7.14 : particules d'Aluminium logées à l'intérieur des cavités.  | 85 |
| Figure 7.15 : Spectre d'analyse ponctuelle de la particule à base d'Aluminium.  | 85 |
| Figure 7.16 : Epreuve avant et après déformation ( $T = 790^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )  | 86 |
| Figure 7.17 : Phénomène de striction, éprouvette testée à température ambiante.   | 86 |
| Figure 7.18 : Fractographies du X60 testé à $775^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.  | 87 |
| Figure 7.19 : Fractographie du X60 testé à $790^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400.  | 87 |
| Figure 7.20 : Fractographies du X60 testé à $790^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , apparition de la couche oxydée, X400.   | 88 |
| Figure 7.20a : Intérieur du faciès de rupture, X4000  | 88 |
| Figure 7.20b : La couche d'oxyde, X1600   | 88 |
| Figure 7.21 : fractographies du X60 testé à $790^{\circ}\text{C}$ et $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.  | 88 |
| Figure 7.22 : fractographies du X60 testé à $790^{\circ}\text{C}$ et $6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.  | 89 |
| Figure 7.23 : fractographies du X60 testé à $800^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X1000, X7170.   | 89 |
| Figure 7.24 : fractographie du X60 testé à $900^{\circ}\text{C}$ et $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X2000.   | 89 |
| Figure 7.25 : Zone de rupture ductile, X4000.   | 90 |
| Figure 7.26 : Zone de rupture fragile, X4000.   | 90 |
| Figure 8.1 : Schéma du traitement thermomécanique.  | 91 |
| Figure 8.2 : Microstructure de l'acier X60 après traitement.  | 91 |
| Figure 8.3 : Schéma coté de l'éprouvette (Matériau forgée).   | 92 |
| Figure 8.4 : Photo de l'éprouvette (Matériau forgée).   | 92 |
| Figure 8.5 : Pièce d'amarrage des éprouvettes forgées.  | 92 |
| Figure 9.1 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60 forgé, $T = 750^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .  | 93 |
| Figure 9.2 : Superposition des courbes de traction à chaud de l'acier X60 à l'état reçu et à l'état forgé, $T = 750^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . | 94 |
| Figure 9.3 : Epreuve (matériau forgé) avant et après déformation ( $T = 790^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )  | 95 |

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| Tableau 4.1 | Composition chimique.   | 54 |
| Tableau 4.2 | Caractéristiques mécaniques du X60.   | 55 |
| Tableau 4.3 | Evolution de la composition chimique des aciers HLE produits au niveau du complexe SIDER. | 56 |

## INTRODUCTION

Dans l'industrie nucléaire comme dans toute autre industrie, l'ingénieur est confronté dans sa conception des différents systèmes mécaniques qui les composent au problème d'assemblage. Tous les types d'assemblages utilisés présentent des avantages relatifs mais également des inconvénients, parfois allant de l'intégrité de l'installation conçue. Dans l'industrie nucléaire, d'une manière particulière, l'étanchéité est très recherchée ; que cela soit pour les liquides utilisés ou vis-à-vis des produits radioactifs. La soudure est par conséquent un moyen d'assemblage très utilisé. Il répond en fait aux exigences de cette industrie mais il reste par excellence le générateur des points faibles les plus redoutés de ses installations. Il constitue même un paramètre déterminant dans l'estimation de la durée de vie de ces installations.

L'exploitation du potentiel des matériaux et des conditions de leur mise en forme a ouvert un champ très important à plusieurs applications.

Depuis son introduction dans le domaine de l'aéronautique, la superplasticité (SP), comme phénomène de comportement à haute température de l'Aluminium en particulier et des matériaux en général, a connu un champ d'application très étendu. Ce comportement offre une raison économique attrayante pour la réalisation de certaines pièces de formes complexes. D'ailleurs son utilisation prend déjà de l'ampleur dans différentes applications [1].

Un intérêt particulier a été alloué au développement de la SP dans le monde [1] [2]. Le Japon comme la Chine, qui ont considéré la SP comme une technologie future pour le centenaire actuel, ont tous les deux opté en 1980 pour un programme national de recherche et de développement intense sur la question [3]. De là, le Japon a créé « the Japan Society for Research on Superplasticity (JSRS) » [4]. Depuis, la SP a fait l'objet de plusieurs investigations, et d'une manière significative une large proportion de systèmes d'alliages est connue pour avoir exhibé cette propriété. Dans le domaine nucléaire, on relève plusieurs études sur des matériaux de grade nucléaire. Nous citerons à titre d'exemple les alliages de Zirconium, l'acier Inoxydable...

La SP a été définie par plusieurs auteurs comme étant la capacité de certains polycristallins de développer, avant de se rompre à température et vitesse de déformation appropriées, une déformation plastique excessive, souvent sans l'apparition de striction [1-6].

Dans les matériaux superplastiques quelques caractéristiques communes, telles que la grande dépendance de l'écoulement de la contrainte de la vitesse de déformation et la finesse de la taille de grain, sont observées [7]. Il est établi de manière formelle que la SP des matériaux métalliques à grains fins se produit à haute température par le mécanisme de glissement de joints de grains (« GBS ») [7-9].

Dans cette étude, le comportement à chaud du X60, qui est un acier de construction microallié à haute limite élastique et qui s'inscrit dans la catégorie des matériaux métalliques à grains fins, est examiné à haute température.

## **CHAPITRE 1**

### **GENERALITES**

#### 1.1. Problèmes d'assemblage en construction mécanique

##### 1.1.1. Problèmes d'assemblage

Plusieurs designs dans l'ingénierie nécessitent l'assemblage de différents composants. Pour ce faire, l'ingénieur doit choisir entre plusieurs alternatives allant des connecteurs mécaniques, tels que les rivets et vis écrous, à la soudure. Le problème majeur dans l'utilisation des assemblages de type mécanique est le fait qu'ils génèrent une grande concentration de contraintes et encouragent la corrosion galvanique [10]. Il reste que, parmi ces méthodes, la soudure est le moyen d'assemblage le plus utilisé, surtout quand l'étanchéité est recherchée.

##### 1.1.2. Assemblage par soudure

Certaines applications industrielles requièrent des produits de hautes technologies, la recherche dans ces industries ainsi que la production nécessitent des systèmes compliqués où un contrôle qualité stricte est nécessaire. Le soudage est l'une des technologies importantes utilisée dans ces industries [11]. La soudure dans ces applications doit donc par essence répondre à leurs exigences et être de la qualité requise.

##### 1.1.3. Qualité de la soudure

L'utilisation de la soudure dans les applications industrielles de grande importance reste otage de sa qualité. Bien qu'un progrès très significatif ait été fait en matière de réalisation et de contrôle par l'amélioration des équipements de soudure, il reste nécessaire de soutenir encore d'avantage l'effort pour améliorer la fiabilité des produits réalisés par cette méthode d'assemblage.

Par ailleurs, il est bien connu que des recherches sur la soudabilité et la technologie de la soudure sont réalisées avant qu'un produit ou une structure ne soit formellement mise en production. Mais, parfois, un processus de soudage qui a répondu aux exigences de qualité sous les conditions expérimentales durant son développement, ne peut assurer la stabilité de la qualité de la soudure dans les conditions de production. De surcroît, et à cause de la diversité des variables de soudure et des limitations dans l'inspection des soudures, il est difficile de contrôler toutes les soudures d'une installation industrielle en même temps et

d'assurer leur qualité. Malgré toutes ces contraintes, les qualités des soudures doivent être protégées des paramètres de fluctuation [11].

#### 1.1.4. Problèmes de la soudure

La réalisation de structures soudées, bien que sur des bases techniques bien établies, ne se fait pas sans problème. Dans la réalité pratique, on est toujours confronté à des difficultés spécifiques. Ces difficultés et problèmes rencontrés constituent le réservoir de la recherche et du développement en matière de soudure. Toutefois, le développement des techniques de soudure est devenu tellement pointu qu'il a généré une grande complexité dans leur mise en œuvre et les sources d'erreurs se sont multipliées. Pour pallier à cela et augmenter la fiabilité des soudures, il en est suivi l'introduction de l'automatisation de leur exécution.

Malgré tout cela, une soudure n'est qu'un raccordement imparfait de deux parties distinctes ou plus. Une soudure ne peut se faire sans générer une zone thermiquement affectée, voire sans inclusions de corps étrangers etc. Ces aspects peuvent être bien illustrés par des exemples tirés de la réalité pratique de l'industrie.

Lors de la réalisation des soudures circonférentielles sur des structures rigides et complexes, il existe un réel risque de craquage sous l'effet de l'augmentation de la température au niveau des zones du métal de base thermiquement affectées, Ceci a été constaté sur l'acier faiblement allié Cr-Mo-V. Pour éliminer ces fissures, un certain nombre de prévisions spéciales, servant à assurer une grande déformabilité des parties soudées et à déterminer les conditions optimales de température, sont prises [12].

Dans le cas d'utilisation du procédé de soudure sous flux d'Argon de l'acier inox pour éviter l'oxydation ou la contamination par nitrogène, un autre phénomène altère la qualité de la soudure. Il s'agit de l'électrode en tungstène qui devient elle-même une source de contamination. Des inclusions, sous forme d'oxydes ou carbides de tungstène voire du tungstène métal, peuvent se produire [13].

#### 1.1.5. Les Problèmes particuliers de l'Hélium et de la corrosion

##### 1.1.5.1. Problème de l'Hélium

Une grande quantité d'hélium peut être produite par la réaction  $(n,\alpha)$  dans les aciers sujets à une exposition intense aux neutrons. Les aciers inox sont connus pour être susceptible à la fissuration inter granulaire au niveau des zones affectées thermiquement (« HAZ ») lors du soudage. Le mécanisme de cette fissuration est considéré être le grossissement rapide



de bulles d'hélium, formées au niveau des joints de grains sous l'influence de la haute température et les contraintes thermiques, jusqu'à une taille suffisante pour la séparation des joints de grains. Il en est de même pour les aciers à base de Vanadium [14].

Les alliages à base de vanadium sont les candidats potentiels pour constituer des structures métalliques des réacteurs à fusion. L'avantage de cette classe d'alliage, par rapport à d'autres, tels que les aciers inox ferritiques ou austénitiques, est la température de service relativement haute ; due à sa haute température de fusion. En plus, les alliages de vanadium offrent l'avantage important d'être de manière inhérente d'une faible activité d'irradiation induite, d'avoir de bonnes caractéristiques mécaniques, une bonne compatibilité avec le Lithium, une haute conductivité thermique, et une bonne résistance au dommage par irradiation.

Comme candidat aux réacteurs à fusion, l'alliage de vanadium devra être continuellement exposé aux bombardements des neutrons de hautes énergies (14MeV) qui causeront des dommages considérables accompagnés par la génération de l'Hélium. La dégradation des propriétés des matériaux sous l'environnement d'un réacteur à fusion va alors jouer le rôle clé dans la détermination de la durée de vie des composants des réacteurs à fusion. L'Hélium pré implanté ne permettra pas l'utilisation de la soudure pour le maintien de l'installation. Les zones affectées thermiquement « HAZ » seront les lieux privilégiés de la fissuration [15].

#### 1.1.5.2. Problème de la corrosion

Dans un réacteur de type « RBMK » modéré au graphite, exploité en Russie, un dommage a été enregistré au niveau des joints de soudures des conduites du circuit principal de la circulation forcée du réfrigérant. Ces dernières sont fabriquées à partir d'un acier de faible teneur en carbone du type « 22K » de 33mm d'épaisseur. Elles sont revêtues de l'intérieur d'un acier inox austénitique d'une épaisseur de 5 mm. La cause d'un tel dommage est la production de défauts au niveau de la racine de la soudure qui s'est élargie durant 3-5 ans de fonctionnement pour atteindre la surface interne. Le contact des défauts avec l'eau fait que ces défauts se développent par un mécanisme de corrosion [16].

## 1.2. Sûreté et durée de vie des Installations nucléaires

### 1.2.1. Rôle de la soudure dans les installations nucléaires

Nous verrons dans ce qui suit que la soudure peut jouer un rôle capital dans la détermination de la durée de vie d'une installation aussi importante qu'une installation nucléaire.

En effet, un exemple frappant parmi les applications industrielles de grande importance où la soudure est largement utilisée est incarné par les installations nucléaires. Il s'agit en effet, d'installations où la sûreté et la sécurité résultantes sont d'une très grande importance. L'impact de ces paramètres va tout simplement de l'existence même de cette industrie. Les centrales nucléaires ne doivent en aucun cas permettre des fuites de produits radioactifs vers le milieu extérieur. Il devient donc important que dans le cadre des différentes mesures de sûreté prises dans les centrales nucléaires, les méthodes de soudage les plus fiables soient utilisées dans la construction des structures de ces installations [17].

### 1.2.2. Matériaux utilisés

Pour optimiser la durée de vie des centrales nucléaires, les matériaux sont soigneusement choisis. En effet, les matériaux destinés à être utilisés pour les centrales nucléaires doivent satisfaire de hautes performances pour endurer aux conditions sévères d'opération comme la fragilisation par irradiation, la corrosion, la haute température etc. Pour cela, l'acier au carbone, l'acier faiblement allié, l'acier inoxydable austénitique, l'Inconel... sont utilisés [17].

La figure 1.1 montre les différentes parties d'une centrale nucléaire « PWR ». La cuve du réacteur, le générateur de vapeur, le pressuriseur et l'accumulateur à l'intérieur de l'enceinte de confinement et plusieurs autres réservoirs situés à l'extérieur de l'enceinte de confinement sont autant de cuves exposées au réfrigérant du réacteur. Les cuves de pression à l'intérieur de l'enceinte de confinement sont faites d'acier faiblement allié ou d'acier au carbone et leurs surfaces intérieures sont revêtues d'un acier inox. Il existe environ une centaine de réservoirs auxiliaires dans une centrale PWR et ils sont faits d'acier inox.

Les conduites qui les relient sont également faites en acier inox. Du point de vue dimension, les conduites principales du circuit primaire, qui servent à refroidir le cœur, mesurent environ 900mm de diamètre externe et possèdent une épaisseur d'environ 80 mm [17].

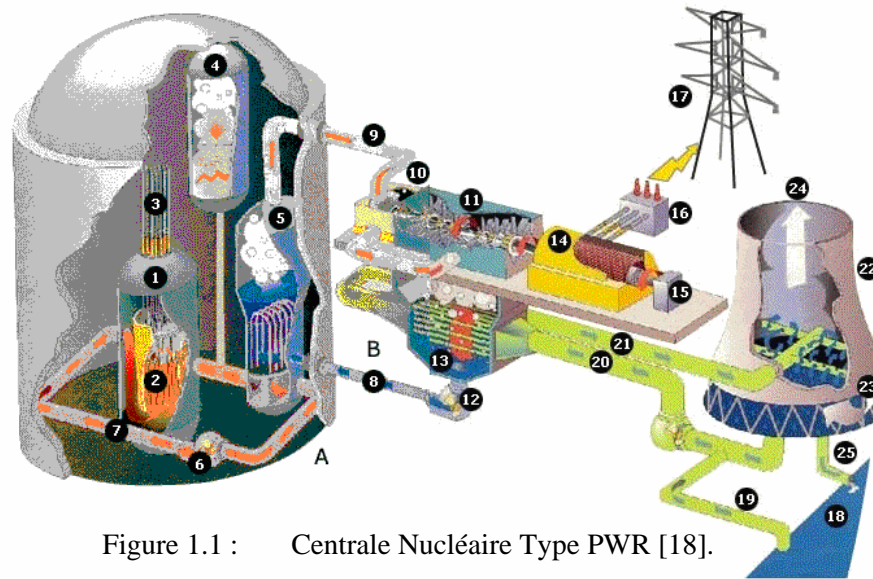


Figure 1.1 : Centrale Nucléaire Type PWR [18].

|    |                          |     |  |     |                             |     |                                   |
|----|--------------------------|-----|--|-----|-----------------------------|-----|-----------------------------------|
| A  | Circuit primaire         | 5.  | <a href="#">Générateur de vapeur</a>         | 12. | <a href="#">Condenseur</a>  | 19. | Caplage d'eau de refroidissement  |
| B. | Circuit secondaire       | 6.  | <a href="#">Pompe primaire</a>               | 13. | Pompe d'eau alimentaire     | 20. | Eau de refroidissement (froide)   |
| C. | Circuit tertiaire        | 7.  | Circuit d'eau primaire                       | 14. | <a href="#">Alternateur</a> | 21. | Eau de refroidissement (chaude)   |
| 1. | <a href="#">Réacteur</a> | 8.  | Circuit d'eau alimentaire                    | 15. | Excitatrice                 | 22. | Tour de refroidissement           |
| 2. | Assemblages combustibles | 9.  | Circuit (de vapeur) secondaire               | 16. | Transformateur              | 23. | Flux d'air ascendant              |
| 3. | Barres de contrôle       | 10. | <a href="#">Turbine</a> corps haute pression | 17. | Ligne haute tension         | 24. | Vapeur d'eau                      |
| 4. | Pressuriseur             | 11. | <a href="#">Turbine</a> corps basse pression | 18. | Fleuve                      | 25. | Rejet de l'eau de refroidissement |

Tous les matériels (tuyauteries, robinetterie, matériels divers), en contact avec le fluide primaire, sont en acier inoxydable austénitique. Pour diminuer les risques de fuites de fluide primaire, les circuits sont de conception entièrement soudée sauf certains équipements sur lesquels l'installation de brides est nécessaire afin de permettre le démontage pour entretien ou essai [18].

Ainsi un grand nombre de soudures sont réalisées sur les différentes parties d'une centrale nucléaire. Certes, les dimensions imposantes de ces structures et leur importance requièrent les méthodes et les techniques de soudure les plus élaborées. Mais tout cela ne peut constituer à lui seul une garantie suffisante. Les conduites importantes des centrales nucléaires sont nécessairement inspectées périodiquement.

Ces inspections impliquent des moyens importants ; que cela soit pour l'inspection technique elle-même ou pour la protection des intervenants de l'environnement hostile auquel ils sont exposés durant l'inspection.

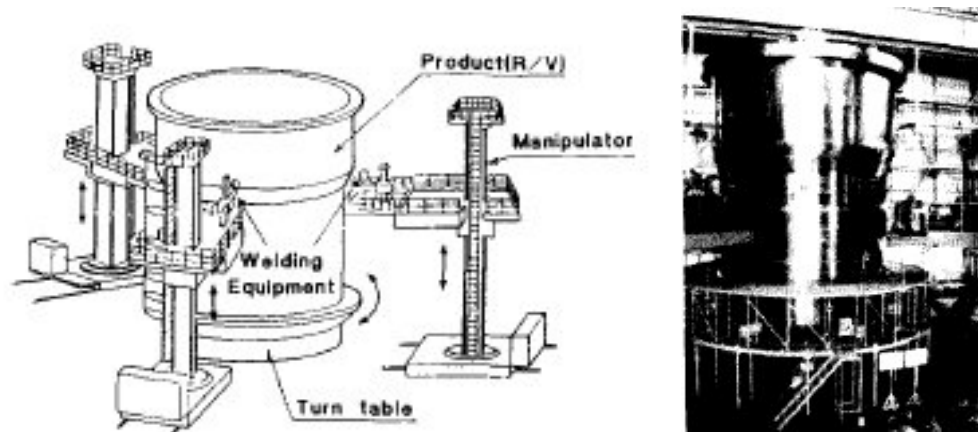


Figure 1.2 : Grands moyens mis en jeu pour La soudure d'une cuve d'un réacteur nucléaire [17].

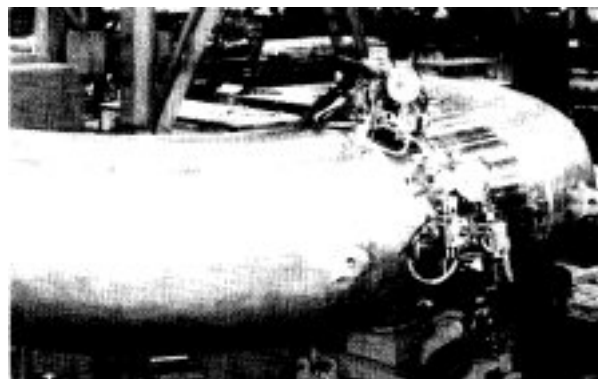


Figure 1.3 : Apparence d'une soudure sur une conduite de réfrigérant d'un réacteur nucléaire [17].

### 1.2.3. Durée de vie des installations nucléaires

Bien que bien choisis pour garantir la plus grande durée de vie aux installations nucléaires, les matériaux soumis aux dures conditions de fonctionnement (contraintes de pression, températures élevées, variations thermiques, flux intenses de neutrons) résistent mal et se détériorent notamment au cours du vieillissement des installations [19].

Sous irradiation neutronique l'acier des cuves vieillit ; il vieillit mal car il se fragilise. La température de transition ductile-fragile augmente au cours du temps. De  $-20^{\circ}\text{C}$  au départ

elle est de l'ordre de 80-90°C en fin de vie du réacteur. Alors qu'il est recommandé que l'acier de la cuve soit toujours dans le "palier ductile". En fin de vie, si la température de la cuve s'abaisse brutalement, on passe la température de transition ductile-fragile avec risque de fissuration et même de rupture brutale de la cuve. [20].

L'évolution structurale des matériaux n'est pas laissée au hasard, elle est continuellement vérifiée. Pour ce faire, des éprouvettes de contrôle sont placées dans différents endroits de la cuve, plus ou moins près du cœur, afin de simuler des temps d'irradiation différents. Avec la supposition que ces éprouvettes minces, parfaitement détensionnées et exemptes de ségrégations, représentent raisonnablement l'état de l'acier de la cuve.

En réalité, ceci peut-être loin d'être le cas, de plus, les grandes dimensions des équipements ne permettent pas de garantir les mêmes qualités que celles qu'on peut obtenir en laboratoire sur des échantillons de petites dimensions. Ce n'est qu'en fin de vie d'une cuve de réacteur que l'on peut analyser comment les défauts métallurgiques inhérents à la fabrication de la cuve se sont comportés sous irradiation et les comparer aux échantillons de petites dimensions qui servent de contrôle [21].

#### 1.2.4. Exemples de fragilisations en liaison avec la soudure

##### Exemple des réacteurs : Fessenheim 1 et Bugey 5

La séance du 14 mars 1995 du Conseil Supérieur de la Sûreté et de l'Information Nucléaire « CSSIN » était consacrée aux enseignements tirés des premières visites décennales des réacteurs à eau sous pression, tranches de 900 MWe. On peut lire à la page 4 : « Le programme de surveillance a mis en évidence certaines anomalies dans l'évolution des caractéristiques d'éprouvettes irradiées tirées de zones soudées. Alors que l'évolution prévue de la température fragile-ductile, faisait passer celle-ci de -20°C pour le matériau non irradié à 90°C en fin de vie (40 ans), dans le cas des cuves de Fessenheim 1 et de Bugey 5, la température de transition estimée pour 20 ans de fonctionnement est bien plus élevée que pour les autres cuves ; elle atteint respectivement 87°C et 88°C. La confirmation de ce constat par le suivi ultérieur des propriétés mécaniques de ces zones soudées pourrait conduire à une réduction de durée de vie prévue pour ces deux réacteurs » [21].

### Exemple du réacteur Phénix

A la suite de la réévaluation de sûreté de l'installation, effectuée en 1986, l'autorité de sûreté, tirant les conséquences d'une fuite de sodium intervenue sur un té de raccordement d'une tuyauterie à l'entrée d'un générateur de vapeur, avait demandé à l'exploitant de mettre en oeuvre un programme de contrôle de l'ensemble des soudures de raccordements des différents tronçons des tuyauteries principales des boucles secondaires. L'arrêt de production de longue durée imposé à l'installation, à la suite de l'incident survenu en septembre 1990, a été mis à profit pour amplifier et mener à son terme ce programme.

Sur les tuyauteries en acier 321, un nombre important de défauts de type fissure a été mis en évidence; ceux-ci ont paru imputables à un phénomène métallurgique spécifique de l'acier concerné dont le choix initial, justifié par les connaissances technologiques de l'époque, s'est révélé à l'usage constituer une faiblesse de l'installation.

Après avoir entrepris de procéder à la réparation des défauts les plus importants, l'exploitant, confronté à la nécessité de démontrer la non-nocivité à terme des défauts laissés en place, a décidé finalement de procéder au remplacement systématique de tous les éléments de tuyauteries réalisés dans ce matériau par des éléments neufs réalisés dans une autre nuance d'acier austénitique [21].

#### 1.2.5. Installations nucléaires, entre sûreté et économie

Dans son article «l'énergie nucléaire », Pierre SAMUEL définit la fission nucléaire en écrivant : certains noyaux lourds, comme l'uranium-235 et le plutonium-239 peuvent, sous l'impact d'un neutron, se scinder en deux (ou plusieurs) morceaux, avec dégagement d'énergie. Il n'omet pas de souligner que l'énergie produite est énorme : la fission d'un gramme d'uranium-235 pourrait soulever de 8,20 m une masse d'un million de tonne! Il souligne également qu'un réacteur à eau pressurisée (PWR) contient mille fois plus de radioactivité que n'en a produit la bombe d'Hiroshima et que les déchets radioactifs à haute activité (qui émettent aussi beaucoup de chaleur) peuvent contenir des corps à très longue période (24.000 ans pour le Pu-239)[22].

D'autre part, une centrale nucléaire coûte très cher et par conséquent elle ne peut être construite si elle ne peut être amortie et rentabilisée. L'intégrité des installations nucléaires va donc de paire avec deux paramètres très importants, le premier est celui de la sûreté et le second celui de l'économie. Lors de la construction d'une installation nucléaire, on veille

principalement à ce qu'elle fonctionne le plus longtemps possible dans des conditions sûres.

La durée de vie d'une installation nucléaire est en premier lieu tributaire de la durée de vie de sa cuve et la durée de vie de celle-ci dépend principalement, comme on l'a vu précédemment, de ses sections les plus faibles ; à savoir les liaisons soudées.

### 1.2.6. Approche curative

La réduction du nombre de joints soudés, figure 1.4, est une approche très efficace pour améliorer la sécurité et la fiabilité, réduire le prix des inspections et diminuer de

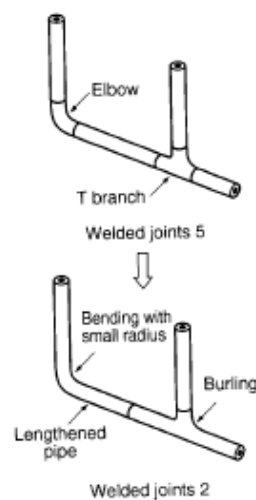


Figure 1.4 : Réduction du nombre de liaisons soudées [17].

l'exposition à l'irradiation durant l'inspection. De ce point de vu, les constructeurs essayent: de réduire le nombre de joints soudés, en évitant l'utilisation des coudes par l'application de la méthode de la flexion à faible rayon des conduites « small radius pipe bending method », d'éviter l'utilisation des tés de raccordement et d'adopter de longues conduites [17].

Nous soulignons que ces techniques, qui usent des aptitudes des matériaux aux grandes déformations, font toujours appel à des connaissances de leurs comportements à chaud.

### 1.3. Nouvelles méthodes d'Assemblage et leurs limites

Les différents problèmes d'assemblage rencontrés dans l'industrie ont grandement participé à la motivation de la créativité et l'émergence de nouvelles alternatives. Toutefois, ces alternatives timides restent encore loin de répondre aux exigences réelles en la matière.





#### 1.4. La SP comme solution de rechange

La SP peut effectivement jouer, lors du design, un rôle important dans la limitation, voire la suppression, d'assemblages qu'ils soient mécaniques ou d'un autre type. Cette technique connaît un essor très intéressant en matière de conception de matériaux SP. Sa mise en oeuvre industrielle reste tributaire du progrès dans le développement des processus de formage SP.

Il est vrai que le passage à l'utilisation commerciale de cette technique de mise en forme est freiné par plusieurs aspects ; la vitesse de déformation et la température nécessaires en forment des exemples concrets. Toutefois, au-delà du progrès réalisé dans l'amélioration de ces paramètres, pour certaines applications, ces derniers ne constituent nullement un handicap au regard de l'importance de l'équipement à réaliser dans d'autres applications.

Dans ce sens, nous pouvons constater, déjà, l'intérêt porté à la SP de certains matériaux qui sont d'une manière particulière très utilisés dans les installations nucléaires ; tels que le Zirconium-2, l'acier inoxydable et les aciers faiblement alliés.

## CHAPITRE 2

### LA SUPERPLASTICITE

#### 2.1 Définition

La superplasticité est la capacité de certains polycristallins de développer avant de se rompre une déformation plastique excessive en traction ; souvent sans l'apparition de striction. Ce comportement s'obtient de manière générale à haute température et à une vitesse de déformation appropriée [1-6].

La superplasticité a fait l'objet de plusieurs investigations, et d'une manière significative une large proportion de systèmes d'alliages est connue pour avoir exhibé cette propriété. Dans les matériaux superplastiques quelques caractéristiques communes, telles que la grande dépendance de la contrainte d'écoulement de la vitesse de déformation et la finesse de la taille de grains, sont observées [7]. Il est noté également que certains prérequis sont en général nécessaires pour la superplasticité. Ceci englobe le faible écoulement de la contrainte et la haute sensibilité à la vitesse de déformation ; qui est également une mesure de la résistance à la striction localisée.

Comme citer plus haut, ce mode de déformation plastique a lieu en général aux faibles vitesses de déformation et hautes températures dans les matériaux à grains fins et équiaxes. Typiquement, les alliages de composition eutectique et eutectoïde et d'égales proportions de phases exhibent une superplasticité. Pour la plupart des matériaux superplastiques, la vitesse de déformation nécessaire pour obtenir une ductilité acceptable est de l'ordre de  $10^{-3}$  à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [24].

Initialement, la déformation superplastique était considérée comme un phénomène inhérent à quelques alliages seulement. Des études systématiques ont montré son caractère général qui est même comparé à la déformation conventionnelle. En réalité, ce phénomène peut être observé non seulement dans les matériaux métalliques mais également dans les intermétallides et les céramiques ; qui sont caractérisés par leur fracture fragile dans les conditions usuels et ne présentent aucune caractéristique de l'écoulement plastique [25].

Il est établi de manière formelle que la superplasticité des matériaux métalliques se produit par le mécanisme de glissement de joints de grains (GBS) à des températures élevées. Cette thèse est largement vérifiée dans le cas des matériaux présentant une structure fine. Dans ce cas, les défauts de structure engendrés par le GBS, tel que les pores, qui peuvent

constituer des sites d'initiation de fissures, doivent être réparés par un autre mécanisme, tel que la diffusion, pour que le processus de déformation puisse se maintenir. Pour que la diffusion opère, une combinaison d'une température élevée et une faible vitesse de déformation est avantageuse [8, 9].

## 2.2 Historique

La Superplasticité est connue pour être un phénomène récemment découvert. En réalité et historiquement parlant, elle peut dater de l'âge de bronze voire même avant. En effet, les matériaux utilisés durant cette période, à l'exemple du Bronze Arsenic, sont des alliages constitués de deux phases et peuvent avoir développé au cours de leur mise en forme (forgeage) la structure superplastique stable à grains fins. On cite également les aciers de Damas utilisés depuis 300 ans A.J. jusqu'à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle. Ces aciers ressemblent dans leur composition aux aciers à haute teneur en carbone récemment développés [3].

L'année 1990 est celle qui correspond au 78<sup>ème</sup> anniversaire de la publication par BENGOUGH du premier article sur la superplasticité des matériaux métalliques. Il a expliqué à travers son article le comportement de certaines fontes qui développent des elongations très importantes qualifiées comme celles du verre. Après ce travail, seulement des études sporadiques ont été faites ; ceci jusqu'au travail de BACKOFEN et ses collègues en 1964. A ce moment là, les caractéristiques superplastiques du Zn-Al ont été démontrées et le potentiel commercial de la superplasticité a été proposé. L'importante économie en prix et en poids ont été le cheval de bataille en matière de commerce et manufacture pour le passage de la mise en forme conventionnelle à la mise en forme superplastique. Les principaux systèmes d'alliages qui ont été commercialement exploités pour la mise en forme superplastique sont ceux basés sur le Nickel, le Titane et l'Aluminium [3].

Les gouvernements du Japon et de la Chine ont tous les deux sélectionné, en 1980, la superplasticité pour un programme national d'études intenses de recherche et de développement. Ils envisageaient déjà la superplasticité comme une technologie future pour le prochain centenaire [3].

De ce fait, au Japon, « the Japan Society for Research on Superplasticity (JSRS) » est institué depuis environ 20 ans. Elle est composée de 30 corporations et 60 particuliers de haut niveau [4].

### 2.3 La réalité pratique

Lors de la déformation SP, la plupart des alliages exhibent des élongations optimales variant entre 300 et 1000%. Ces valeurs sont plus que suffisantes pour réaliser les formes les plus complexes. En pratique, ces dernières n'exigent que 200 à 300 % d'élongation [3]. Dans son allocution, HIROAKI OHSAWA souligne également le fait que, dans des conditions d'essai soigneusement contrôlées, des alliages peuvent exhiber des élongations de l'ordre de quelques milliers de %, mais qu'en réalité nous n'avons pas besoins de toute cette extraordinaire élongation dans l'industrie de procédés manufacturés. A la limite, quelques centaines de pour cent d'allongement sont réalisés dans les processus de mise en forme superplastique ; tel que : le « gas blow » [4]. Dans l'industrie automobile, la plupart des pièces formées requièrent une faible quantité de déformation, typiquement inférieure à 100% [26].

La superplasticité, comme moyen de mise en forme, offre à un prix attrayant la réalisation, en une seule opération, de composants de formes complexes et libres de toute contrainte interne avec consistance et précision dimensionnelle [27]. Le seul inconvénient de ce procédé de mise en forme est l'énergie et le temps mis en jeu. Pour parer à cela, une tendance récente dans la recherche en superplasticité consiste à développer la superplasticité à haute vitesse de déformation « High Strain Rate Superplasticity (HSRS) » ; où des vitesses de déformation dépassant les  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  sont développées. La « HSRS » est pratique pour le développement de processus de mise en forme commerciaux [2].

#### 2.3.1. La SP à haute vitesse de déformation « high strain rate SP »

Pour la plupart des matériaux SP, la vitesse de déformation nécessaire pour obtenir une ductilité acceptable est de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . En termes pratiques, ceci veut dire que la plupart des matériaux SP nécessitent une longue durée pour leur mise en forme. Celle-ci peut aller de quelques minutes à quelques heures [24].

Avec l'augmentation des exigences sur les matériaux réalisés avec les nouvelles techniques en général, il y a eu un accroissement de l'intérêt envers les matériaux SP en particulier. L'une de ces exigences est le déplacement de la région des valeurs maximales du paramètre «  $m^1$  » vers des niveaux supérieurs de vitesses de déformation. En effet, trop de

---

<sup>1</sup> Le paramètre  $m$  est défini comme étant la pente à chaque instant de la courbe retraçant la variation de la contrainte développée par le matériau en fonction de la vitesse de déformation.

temps est nécessaire pour la production de composants par ce processus depuis son établissement [4, 24]. Ainsi, des alliages d'Aluminium à très faible taille de grain et des matériaux composite, développés par le procédé de la métallurgie des poudres ou par de nouveaux procédés avancés, exhibent une SP à haute vitesse de déformation. L'introduction d'un travail à froid (traitement mécanique) sur des matériaux biphasés (poudres) conduit également à la création d'une structure hautement fine. Les deux phases participent au maintien de la microstructure après consolidation ; ce qui conduit à une structure tellement fine qu'elle supporte la déformation SP à haute vitesse de déformation. A titre d'exemple, un matériau tel que l'UHCS-10Al, produit par ce procédé, exhibe un comportement typique de la SP à haute vitesse de déformation, avec un pic de ductilité de 350% à la vitesse de déformation  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [28, 29]. En d'autres termes, une grande ductilité avec une grande valeur concurrente de « m » sont obtenues à des vitesses de déformation supérieures à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

En réalité, ce déplacement ne résout pas tout à fait le problème de mise en forme par le procédé de SP. Au cours de la mise en forme SP la déformation n'est jamais parfaitement homogène et par conséquent la vitesse de déformation n'est jamais unique. Les matériaux dont la bonne formabilité est due à une grande valeur de « m » doivent garder cette valeur de « m » sur une large gamme de vitesses de déformation [4].

### 2.3.2. La SP à faible température et grande vitesse de déformation

Si on revient sur les premiers pas de la mise en forme SP, celle-ci a été l'une des techniques de mise en forme utilisée particulièrement par l'industrie de l'aviation. Au cours de son développement deux moyens d'amélioration des matériaux ont connu le succès : le premier est la modification des alliages utilisés par additions et le second est le traitement thermomécanique. Pour des considérations spécifiques, les matériaux utilisés dans cette industrie étaient relativement onéreux mais le coût de l'investissement était justifié. La généralisation de cette technique de fabrication devait tenir compte des trois facteurs essentiels :

- ❖ Le matériau commercialement disponible et pas cher,
- ❖ La vitesse de mise en forme suffisamment grande,
- ❖ La température de mise en forme aussi faible que possible.
- ❖ Nous pouvons rajouter à ces facteurs un quatrième aussi important : celui relatif à la charge mise en jeu lors de la mise en œuvre.

Les récents succès dans la production de matériaux ayant une structure extrafine ont démontré la possibilité d'atteindre un comportement SP à haute vitesse de déformation et également à faible température [26].

Le traitement thermomécanique (TTM), simple laminage, d'un matériau commercial à bas prix lui a permis d'exhiber un comportement SP (élongation optimale de 400%) au environ de 205°C et à une vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [26].

#### 2.4 Etat actuel et orientations futures

La SP dans les matériaux avancés va continuer à être un sujet important dans le futur proche tel qu'il l'était dans les décennies passées. De nouveaux phénomènes peuvent être trouvés à travers les études de la SP des matériaux. Le développement du champ de la SP dépend non seulement des études de la SP même, mais également du progrès des processus de formage et assemblage superplastiques. Ceci doit être développée par les efforts combinés de la recherche fondamentale sur les matériaux et l'engineering [2].

Des orientations et des intérêts versent actuellement dans l'étude du joint de grain. Il est attendu que l'analyse du joint de grain dans les matériaux SP fournisse beaucoup d'information sur la plasticité du joint de grain. Abordé, ce genre d'approche commence déjà à donner des résultats intéressants. Le contrôle des phases du joint de grain a l'air d'être très important dans le design des matériaux SP [2]. Il est actuellement d'usage de décrire un polycristal comme une combinaison de zones de joints de grains et de grains. Tous les deux possèdent une contribution particulière dans la déformation qui dépend des conditions de chargement et du niveau (taux) de la déformation plastique [30].

## CHAPITRE 3

### ASPECTS FONDAMENTAUX DE LA SUPERPLASTICITE

#### 3.1. Types de superplasticités

Il existe deux types de comportements SP bien établis dans les solides polycristallins. Le premier type de comportement SP est connu par SP des matériaux à structure fine (« fine structure superplasticity », FSS) et le second type est connu par la SP à contraintes internes (« internal stress SP » ISS).

Dans le cas des matériaux « ISS », une déformation plastique considérable est développée sous l'effet d'une faible contrainte externe. Des contraintes internes sont développées et le facteur de sensibilité à la vitesse de déformation, noté « m », est proche de l'unité. En d'autres termes ils peuvent développer un comportement visco-newtonien idéal. Ce type de matériau SP se déforme par un mécanisme de glissement par fluage (« slip creep mechanism »).

Dans le cas des matériaux FSS, le facteur « m » peut atteindre des valeurs proches de 0.5 et ceci par le mécanisme de glissement de joints de grains. La plupart des matériaux cristallins possèdent un comportement SP grâce à la finesse de leur structure [3]. Toutefois, cette structure doit présenter une stabilité à haute température.

Le mécanisme de la déformation superplastique a toujours été discuté en terme de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, le facteur « m », qui traduit cette dépendance, est déduit de la relation suivante :

$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

Où k est une constante,  $\sigma$  est la contrainte d'écoulement et  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation [3, 31].

#### 3.2. Caractère général

En général, la relation contrainte ( $\sigma$ )-vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) sert de base à l'analyse de l'écoulement superplastique ; avec comme hypothèse l'existence d'un état stationnaire de la déformation durant l'écoulement. Un écoulement constant de la contrainte réelle sous une certaine vitesse de déformation peut être équivalent à l'état stationnaire d'un fluage sous

l'effet d'une contrainte constante. Ce rapprochement constitue la raison pour laquelle l'équation (1), qui forme l'équation constitutive de l'état stationnaire du fluage à haute température, est utilisée pour l'analyse de l'écoulement superplastique. Cette équation constitutive de l'écoulement superplastique a été introduite pour la première fois par le Professeur BACHOFEN de « MIT » [2, 4].

Le facteur "m" peut être déduit de l'équation (1) et prend la forme :

$$m = d(\ln \sigma) / d(\ln \dot{\epsilon}) \quad (2)$$

Il est significativement grand dans le domaine des vitesses de déformation où de larges élongations sont observées [3, 4, 7].

Le phénomène physique que traduit le paramètre « m » fait l'objet d'un modèle communément accepté. Ce modèle stipule que dans le cas où "m" est suffisamment grand, la région qui subit une striction locale exhibe en contre partie une augmentation dans l'écoulement de la contrainte, qui va à l'encontre de l'augmentation de la vitesse de déformation et conduit au blocage de la déformation dans la région considérée (écrouissage local). Cette situation permet ainsi l'émergence d'une déformation superplastique homogène [7].

Comme il est déjà indiqué dans le chapitre précédent, la superplasticité est observée, en général, à haute température ( $T \geq 0.5 T_f$ ). D'autre part, à la bonne température, la vitesse de déformation «  $\dot{\epsilon}$  » intervient pour favoriser ou défavoriser ce type de déformation. L'évolution du facteur « m », qui n'est autre que la pente de la fonction  $\lg \sigma = f(\lg \dot{\epsilon})$ , en fonction de la vitesse de déformation donne un aperçu sur la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, figure 3.1.

Sur la figure 3.1 et particulièrement dans le domaine II, on remarque que l'évolution de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation passe par un point d'inflexion, où la pente, qui n'est autre que le coefficient m, prend des valeurs extrêmes. Ces valeurs, qui varient entre 0.3 et 1, correspondent au domaine de superplasticité.

Un artifice mathématique basé sur un raisonnement simple peut illustrer d'avantage l'effet de la sensibilité à la vitesse de déformation.

Soit une éprouvette de longueur utile L et de section instantanée S, déformée par traction à une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$ .



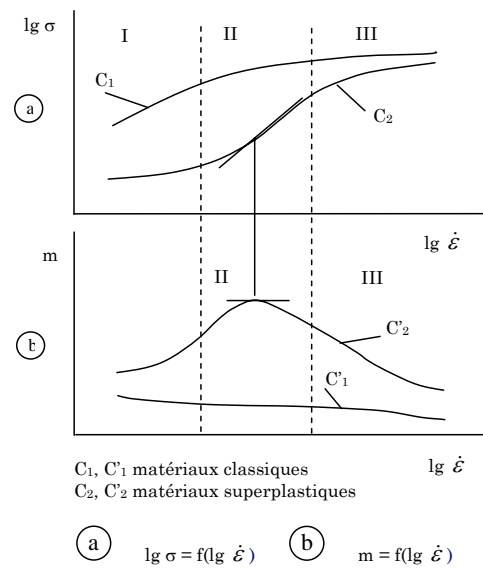


Figure 3.1 : Comparaison entre le Comportement plastique et superplastique [31].

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt} = - \frac{dS}{Sdt} \quad (\text{le signe - traduit le rétrécissement})$$

En admettant la conservation du volume et en faisant intervenir la loi du comportement :

$$\dot{\epsilon} = K\sigma^m = K \left( \frac{P}{S} \right)^{\frac{1}{m}} \quad K = \text{cste.}$$

Nous obtenons :

$$\frac{dS}{dt} = -KP^{\frac{1}{m}} \frac{1}{S^{\left(\frac{1-m}{m}\right)}} \quad (3)$$

Remarquons dans cette dernière équation que pour une valeur de  $m$  égale à 1, la variation de la section en fonction du temps devient indépendante de  $S$ . Ainsi pour un matériau superplastique, pour lequel  $m$  prend des valeurs élevées, une striction ne tend pas à se développer d'une manière catastrophique ; la déformation est plus uniforme et les allongements à rupture plus importants.

Cette analyse simplifiée est confirmée par des études plus détaillées de l'influence du coefficient  $m$  sur la cinétique de développement d'une instabilité plastique [32].

Il est à noter que le coefficient  $m$  n'est pas seul à prendre en compte du fait que d'autres phénomènes peuvent intervenir négativement, comme c'est le cas de la cavitation, le grossissement des grains etc.

### 3.3. Structure des matériaux superplastiques « FSS »

Une structure à grains fins et équiaxes avec des joints de grains lisses et présentant une grande « misorientation » est la structure des alliages superplastiques [2, 33]. Avec une telle structure, les matériaux exhibent souvent une grande élongation en traction dans une certaine plage de température supérieure à  $0.5 T_f$  et à des vitesses de déformation communément utilisées dans les essais de traction pour les matériaux superplastiques ( $10^{-4} - 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) [2].

Bien que les prérequis structuraux pour le développement de matériaux SP touchent plusieurs aspects de la microstructure, il reste que la principale condition sur la structure d'un matériau superplastique « FSS » est la finesse de la taille de grain (entre 1 et  $10 \mu\text{m}$  environ) [31]. De plus cette structure doit présenter une stabilité relative à haute température. Cette dernière condition rétrécit le champ aux alliages biphasés.

#### 3.3.1. Taille de grain

L'une des exigences majeures pour une superplasticité «FSS » est que la taille de grain soit petite (l'intercepte linéaire moyen  $\bar{L}$  soit petit) [3]. Un modèle basé sur la théorie du « GBS » et la théorie de la coalescence des cavités montre que l'élongation totale des matériaux SP est approximativement une fonction linéaire de l'inverse de la taille de grain [6]. Grâce à la structure fine, certains alliages sont susceptibles de développer un comportement SP à haute température et même à grande vitesse de déformation [33].

En effet, la finesse de la taille de grain n'est pas seulement une exigence pour l'observation d'un comportement SP ; elle contribue grandement à l'augmentation de la vitesse de déformation. Dans le cas où le glissement de joints de grains est régi par le mécanisme de contrôle de la vitesse, l'augmentation de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  avec la diminution de la taille de grain devient possible. La réduction de la taille de grain constitue donc une méthode intéressante pour augmenter la vitesse de déformation lors de la mise en forme SP des alliages. Un autre intérêt lié également à la diminution de la taille de grain est la

diminution de la contrainte. En effet, plus le grain est petit moins la contrainte développée est grande, d'où, de faibles forces sont nécessaires lors de la mise en forme SP. Ce qui induit une économie d'énergie et de matière (moule) [3].

D'autre part, certains matériaux polycristallins, tel que le Zirconium, sont rendus SP grâce à l'affinement de la taille de leurs grains. Dans ces cas là, l'affinement de la taille de grain fait passer la contrainte d'écoulement plastique vers des valeurs inférieures à la contrainte de séparation des joints de grains, permettant ainsi le comportement SP [3].

Une taille de grain inférieur à 10  $\mu\text{m}$  peut former une structure susceptible de donner d'importantes déformations comme elle peut déplacer la courbe de sensibilité à la vitesse vers des valeurs de vitesses plus grandes. Toutefois, conjointement avec la finesse des grains, la présence d'une deuxième phase est nécessaire.

### 3.3.2. Forme de grain

Afin de conférer au joint de grain la possibilité d'abriter une contrainte de cisaillement qui permettant le GBS et la rotation du grain, la forme des grains doit être équiaxe. Contrairement à cela, une forme allongée (texture) peut entraver le comportement superplastique [34]. D'autre part, nous savons qu'au cours de la déformation superplastique le grain grossit graduellement, cependant, il doit essentiellement rester équiaxe dans sa structure [3].

### 3.3.3. Présence d'une seconde phase

#### 3.3.3.1. Son rôle

Il est très difficile d'avoir un comportement SP dans les matériaux à phase unique (monophasiques) ; le grossissement des grains est très rapide aux températures où le glissement de joints de grains opère. Dès lors, afin de maintenir la finesse de la taille de grains lors de la mise en forme SP, la présence d'une seconde phase aux bords des grains est nécessaire. L'empêchement du grossissement de grains est souvent accru quand la quantité de la seconde phase est augmentée ; à condition que la seconde phase soit fine est uniformément distribuée [3, 33]. De ce fait, la plupart des matériaux SP possèdent des grains fins et équiaxes avec une distribution homogène des particules constituant la seconde rephase et qui représentent une fraction volumique supérieure à 20% [7].

L'alliage de Zirconium, le Zr-2.5wt%Nb, est un matériau utilisé pour les tubes de pression dans les réacteurs à eau lourde pressurisée (PHWR). Il a été montré que ce matériau était SP quand il est déformé dans la région biphasée  $\alpha$  et  $\beta$  [5].

#### 3.3.3.2. La dureté de la seconde phase

Les duretés relatives de la matrice et de la seconde phase constituent un paramètre important dans le contrôle de la cavitation durant l'écoulement SP de certains systèmes. La cavitation conduit naturellement à la rupture prématurée. Certains matériaux sont susceptibles de cavitation lors de la déformation SP à cause de la grande différence en dureté entre les deux phases qui les constituent. Contrairement à cela, quand les duretés sont relativement proches, la cavitation n'opère pas de manière significative [3].

#### 3.3.3.3. Taille et distribution de la seconde phase

Si la seconde phase est considérablement dure que la matrice, elle doit être uniformément distribuée et sous forme de fines particules. En formes de fines et dures particules, la cavitation est inhibée durant l'écoulement SP par différents mécanismes de recouvrement qui opèrent au voisinage de la particule. Par contre, la cavitation peut avoir lieu si les particules sont grosses.

Dans ce contexte, une étude de l'influence des particules solides sur l'augmentation de la SP des aciers inoxydables a conduit à la conclusion suivante : les conditions optimales pour la SP sont réunies quand une fine distribution de la phase dure  $\delta$  existe dans la matrice austénitique. Dans ces conditions la recristallisation opère durant la déformation. En effet, la recristallisation a lieu lorsqu'une grande proportion de particules dures et fines existe. Ces particules constituent des sites de recristallisation à causes de la déformation sévère et hétérogène générée autour d'elles [3]. Afin de conférer à certains matériaux la structure fine et biphasée on opère par des traitements thermomécaniques ainsi que par des additions adéquates [7].

#### 3.3.4. Le joint de grain

##### 3.3.4.1. Nature de la structure du joint de grain

Etant donné que le glissement de joints de grains (GBS) est généralement le mode de déformation prédominant durant l'écoulement SP, les joints entre des grains adjacents de la matrice doivent présenter d'importants angles (importante « misorientation »). Dans le cas où les joints de grains présentent de faibles angles, le glissement n'opère pas sous l'effet de

la contrainte de cisaillement appropriée [3]. Dans ce cas, une amélioration de cette « misorientation » peut être obtenue grâce à un traitement thermique ou thermomécanique adéquat [3].

#### 3.3.4.2. La mobilité des joints de grains

Durant le glissement de joint de grains, des concentrations de contraintes se développent au niveau des points triples, comme au niveau de chaque obstacle le long du joint de grain. L'habilité du joint de grain à migrer lors du GBS permet de réduire ces concentrations de contraintes. De cette manière la GBS peut continuer à être le processus de déformation prédominant. Le fait que les grains demeurent équiaxes après une déformation superplastique importante est la preuve indirecte de la migration de joints de grains. Une carence dans la mobilité de joints de grains, conduit à une forte concentration de contraintes aux points triple durant le glissement GBS et par conséquent à une initiation de fissures conduisant à la rupture prématurée [3].

### 3.4 Mécanismes de la déformation superplastique

Dans les matériaux « FSS », les conditions pour qu'une déformation SP ait lieu sont bien connues et bien établies. Toutefois, la compréhension détaillée du mécanisme exact de l'écoulement superplastique n'a pas été suffisamment développée [3, 7]. Tous les modèles développés et proposés sont, dans certains aspects, en adéquation avec les résultats expérimentaux. Toutefois, aucun de ces modèles n'est capable de prédire correctement en une seule relation les dépendances de la contrainte, la température et la taille de grain [3].

Du point de vue modélisation, les mécanismes les plus communément considérés dans l'écoulement superplastique introduisent le GBS suivi par un processus d'accommodation, nécessaire pour accompagner le GBS. Ce processus peut être la migration de joints de grains, diffusion, glissement de dislocation ou recristallisation. Ce dernier processus d'accommodation (la recristallisation) ainsi que les grains fortement disloqués existent souvent simultanément dans les échantillons déformés superplastiquement. Ceci préconise une liaison étroite entre le mécanisme de déformation superplastique et la recristallisation [7].

#### 3.4.1. Mécanisme de déformation : GBS accommodé par diffusion

Un matériau superplastique possédant une taille de grain très fine se déforme selon des mécanismes particuliers. Le glissement aux joints de grains, très faible lors de la déformation des matériaux classiques, devient alors prépondérant. De nombreux modèles

ont été proposés pour rendre compte de ce type de comportement. Parmi les plus connus, nous citerons les modèles de glissement aux joints de grains avec accommodation par diffusion de ASHBY et VERRAL [31].

L'absence caractéristique des changements de formes et des dimensions des grains dans les métaux déformés superplastiquement renforce l'idée attribuant une grande partie de la déformation au glissement des joints de grains [34]. Dans ce mode de déformation, les grains s'écoulent en changeant de voisinage (switching), comme l'illustre la figure suivante :

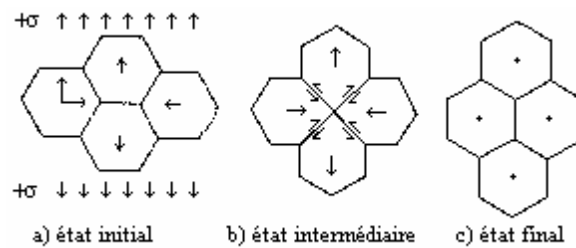


Figure 3.2 : Processus de déformation unitaire [34].

L'état initial et l'état final du polycristal sont identiques mais l'événement de « switching » produit une déformation. La reproduction de ce processus unitaire à travers le matériau permet à ce corps l'exhibition de cette déformation. Dans la réalité, la progression se fait d'une manière continue et aléatoire à travers le matériau comme le montre la figure 3.3.

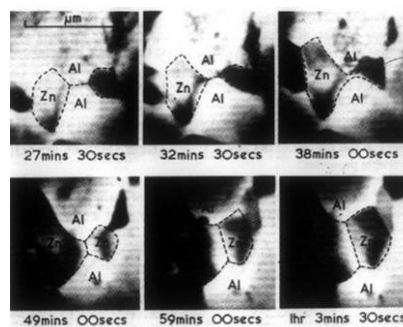


Figure 3.3 : Photographie montrant le changement de configuration des joints de grains [34].

La quantité de déformation produite est communiquée à la surface par la relaxation de la matière entourant chaque événement de « switching ».

On croit que ce type de déformation, qui opère par GBS à haute température, génère des cavités qui doivent être comblés par la diffusion d'atomes. Dans le cas contraire, ces vides peuvent facilement constituer des sites d'initiation de fissures qui se propagent sous l'effet de la force de traction. Une situation qui conduit à une rapide cessation de la déformation plastique. Ceci explique pourquoi la superplasticité nécessite une haute température et une faible vitesse de déformation [2, 9].

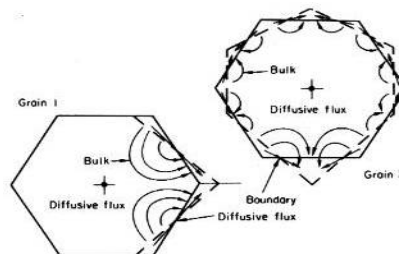


Figure 3.4 : Accommodation nécessaire lors du déplacement des grains de leur position initiale à l'étape intermédiaire [34].

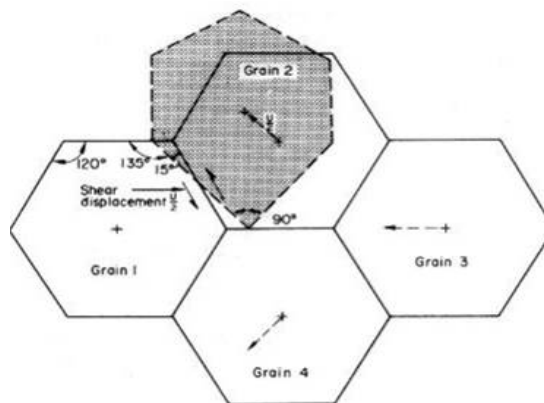


Figure 3.5 : Glissement des joints de grains [34].

### 3.4.2. Mécanisme de déformation : Bandes de glissement de joints de grains coopératifs

Vu sous un autre angle, le « GBS » apporte la contribution principale à la déformation superplastique. L'investigation du relief de déformation a montré que le développement du GBS opère le long de bandes de glissement de joints de grains coopératifs (« CGBS »). Dès que le stade de l'écoulement plastique est atteint, des bandes forment des surfaces qui couvrent la totalité de la section de l'éprouvette. La déformation est localisée le long de ces surfaces qui semblent être proches des plans de contraintes de cisaillement maximal [25].

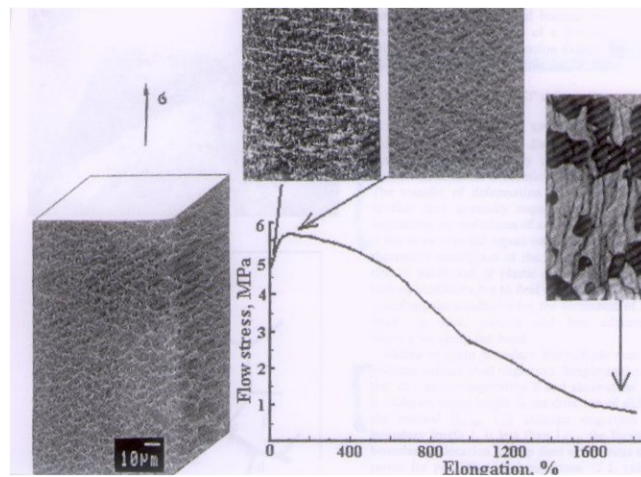


Figure 3.6 : Constitution de bandes de glissement de joints de grains coopératifs [25].

Il y a, au moins, deux possibilités de formation de ces bandes : i. la formation d'un empilement de dislocation au niveau des joints de grains et mouvement et arrangement des dislocations suivis par la migration des joints qui ne sont pas favorablement orientés. ii. La migration des joints triples, figures 3.7-3.8.



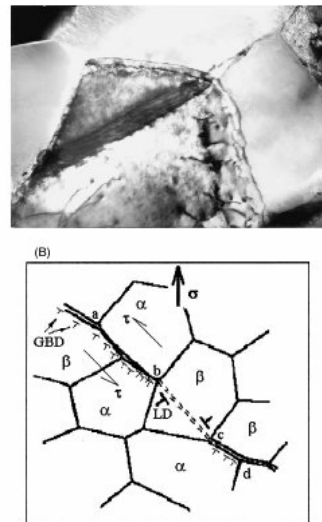


Figure 3.7 : « CGBS » Durant la déformation superplastique: (a) fine structure de l'alliage Zn-22%Al, (b) schéma de la bande de cisaillement dans la phase initiale de la déformation SP ( $\epsilon = 3\%$ ) [25].

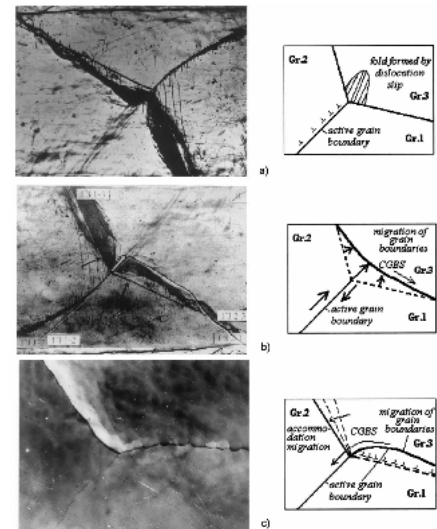


Figure 3.8 : “Cooperative grain boundary sliding” dans un tricristal d’Al: (a) formation d’une poche (plis), (b) ajustement fin d’un joint de grain via la migration, (c) migration d’un joint de grain [25].

Comme résultat, le développement de « CGBS », le long de deux frontières d’un cristal, devient possible. Un tel changement dans l’orientation d’un joint est appelé « auto organisation » de la déformation par glissement. Ce processus joue le plus important rôle dans l’écoulement superplastique [25].

A l’échelle microscopique les « CGBS » sont formées dans les cas où des parties des joints de grains sont défavorablement orientés pour la réalisation d’un glissement, le transfert de déformation d’un joint de grain vers un autre est réalisé par glissement intra granulaire de dislocation « IDS ». Même dans ces conditions la notion de taille de grain reste prépondérante.

Pour revenir à l’effet de la taille de grain, Il a été montré que pour un matériau à gros grains il n’y a pas de conditions pour la migration locale quelque soit la contrainte imposée. La réduction de la taille de grains conduit à la formation des conditions pour la migration dans un certain intervalle de contraintes. Avec l’augmentation de la température la migration locale devient possible sur un large intervalle à la fois de contrainte et de taille de grains [25].

### Mécanisme de déformation : Dynamique des dislocations (Re-mobilisation des dislocations immobiles)

Pour certains matériaux, le « GBS » n'est pas le seul mécanisme de déformation superplastique, il contribue à coté d'un autre mécanisme qui est celui de mobilité de dislocation. Celui-ci est lié au concept de la probabilité de re-mobilisation des dislocations ( $\Omega$ ). La combinaison d'une grande probabilité de re-mobilisation des dislocations immobiles (mais pas fortement bloqué) et une vitesse modeste d'immobilisation des dislocations ( $U$ ) peut être responsable de l'élongation superplastique [9, 35].

Dans cette approche, la déformation superplastique est attribuée à un phénomène lié au rapport  $U/\Omega$ . Il constitue le rapport de la vitesse d'immobilisation des dislocations à la probabilité de re-mobilisation des dislocations immobiles. Dans le cas où l'élongation est importante, on trouve que le paramètre  $\Omega$  prend des valeurs importantes comparées à celles prises en dehors de la plage de cette forte élongation [8].

### 3.5. Evolution structurale

Lors d'une déformation superplastique, divers phénomènes peuvent se manifester pour conduire le matériau sollicité à une rupture prématurée ou, au contraire, le conduire à développer d'importantes déformations. Parmi ces phénomènes, nous citons notamment la cavitation, qui se manifeste essentiellement dans les alliages dont les phases sont de duretés très différentes ou des alliages monophasés avec présence de précipités.

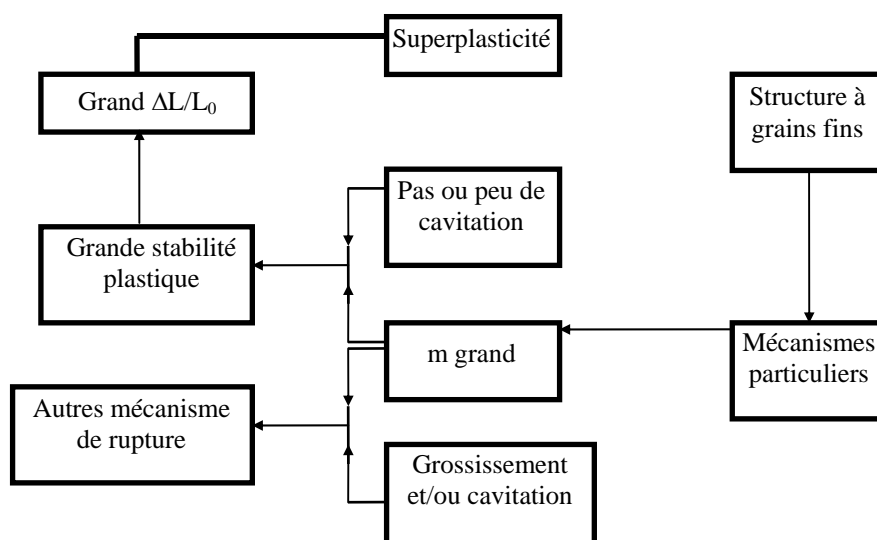


Figure 3.9 : Schéma logique montrant les caractéristiques des matériaux superplastiques [31].

Concernant ces cavitations, on s'accorde à dire que leur croissance est contrôlée par la déformation plastique de la région qui les environne. Pour une taille importante, ces cavités provoquent un phénomène de coalescence qui conduit à la rupture. Même pour des fractions volumiques relativement faibles, les cavitations entraînent une dégradation importante des propriétés mécaniques. La recherche donc de la suppression totale ou, à la limite, la diminution de l'effet de ce phénomène est un sujet d'actualité.

Aussi, le grossissement des grains qui opère au cours de la déformation superplastique influence le comportement du matériau et peut conduire à un changement de mécanisme de déformation avec une valeur de coefficient  $m$  plus faible; ce qui est appelé superplasticité temporaire.

D'autres évolutions de structure peuvent se manifester au cours de la déformation superplastique. Ainsi, un alliage présentant une texture voit celle-ci diminuer rapidement au cours des premiers taux de déformation puis disparaître conduisant à une structure équiaxiale parfaitement superplastique. La structure ne reste donc pas figée, elle évolue au cours de la déformation superplastique. Cette évolution doit être contrôlée et mise à profit.

### 3.6. Facteurs influençant le comportement SP

#### 3.6.1. Les traitements thermique et thermomécanique

En général, les traitements thermique et thermomécanique sont introduits pour modifier la structure d'un matériau donné et lui conférer les qualités recherchées. Plusieurs paramètres des traitements thermomécaniques affectent le comportement superplastique des matériaux. Dans l'exemple du laminage, la température du laminage et le taux de réduction ont un impact sur le comportement SP. Bien que le laminage à chaud donne de meilleurs résultats que le laminage à froid, la différence n'est pas notable. Avec l'augmentation du taux de réduction, l'élongation augmente en général. Un taux important de laminage tend non seulement à affiner d'avantage la taille des grains mais fait également augmenter l'uniformité de distribution des grains et sous grains entre la surface et l'épaisseur.

#### 3.6.2. La vitesse de déformation et la cavitation

L'influence des cavités sur la déformation SP a déjà été commentée précédemment. Par leurs effets la déformation peut être abrégée. En effet, la fracture des matériaux superplastiques est souvent contrôlée par la formation de cavités et leurs interconnexions.

Toutefois, les matériaux tolèrent une fraction volumique assez importante de cavités avant de se rompre [6].

Quand on parle de cavitation, il faut également parler des facteurs qui génèrent ces cavitations et influencent leur évolution. Parmi les facteurs qui affectent la cavitation il y a la vitesse de déformation. Il a été constaté que la cavitation diminue avec la diminution de la vitesse de déformation. Cette diminution est attribuée à la diminution de la contrainte associée à la réduction de la vitesse de déformation. En effet, l'écoulement de la contrainte a un impact direct sur l'accumulation de contraintes au niveau des joints de grains et favorise ou pas la tendance de l'émergence des cavités. Un faible écoulement de la contrainte à une faible vitesse de déformation veut dire une faible accumulation de contraintes au niveau des joints de grains. De plus, à faible vitesse de déformation, les contraintes générées par GBS auront suffisamment de temps pour se relaxer. Dès lors, la déformation superplastique réalisée à faibles vitesses de déformation peut réduire les contraintes locales au niveau des irrégularités de joints de grains et conduire par conséquent à une diminution de la tendance de création de cavités.

A haute vitesse de déformation, le nombre de sites de microcavités est amplifié au regard du haut niveau de la contrainte d'écoulement. Toutefois, le grossissement des cavités n'est pas systématique et peut même être mineur du fait de la faible contribution du GBS dans la déformation et de l'insuffisance du temps disponible pour que les cavités grossissent [36].

Afin d'optimiser le processus de mise en forme superplastique et essayer de répondre aux exigences économiques, les phénomènes structuraux cités plus haut ont été mis à profit à travers des études de mise en forme à deux vitesses. Cette manière de faire contribue à la réduction du temps de mise en forme. Une vitesse relativement importante est imposée au début de la déformation ; afin d'augmenter le nombre de sites de nucléations de cavités et de limiter le grossissement des grains. Après une certaine quantité de déformation, profitant de l'état structural favorable, une réduction de la vitesse de déformation conduit à la diminution de la vitesse de grossissement des cavités [36].

### 3.7. L'optimisation de la vitesse de l'écoulement superplastique dans les matériaux FSS

Pour un matériau superplastique, et à un certain niveau de température, il existe une vitesse de déformation optimale au delà de laquelle le processus de GBS n'est plus le processus dominant dans l'écoulement superplastique ; un autre mode de déformation devient important, c'est le fluage par diffusion contrôlée de dislocation (slip creep).

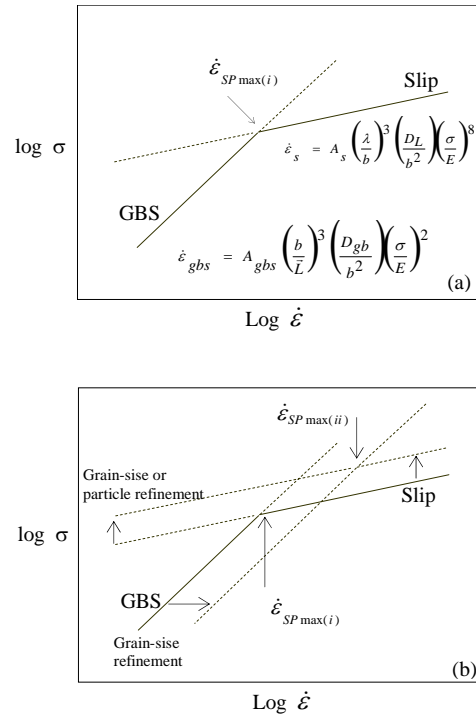


Figure 3.10 : Schéma théorique de l'augmentation de la vitesse de déformation par l'agissement sur des paramètres microstructuraux [3].

La vitesse de déformation maximale à laquelle le GBS continue à être dominant est de l'ordre de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Une telle valeur est considérablement faible par rapport à celles utilisées dans la majorité des opérations commerciales de mise en forme ( $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$ ). Du point de vue technologique, il serait intéressant d'augmenter la valeur maximale de la vitesse de déformation pour l'écoulement superplastique. Pour cela, on doit sélectionner les variables structurales qui conduisent à une augmentation du GBS et par la même rendent le fluage plus difficile. La figure 3.10 illustre schématiquement les deux processus de déformation et l'augmentation de vitesse maximale de déformation pour l'écoulement superplastique.

Sur cette courbe bilogarithmique, la contrainte est portée en fonction de la vitesse de déformation. Les deux processus contribuant respectivement au GBS et au "slip creep" sont séparément représentés par des lignes droites dont les relations sont respectivement :

$$\dot{\epsilon}_{gbs} = f\left(\left(\frac{1}{L}\right)^3, \dots\right) \quad (4)$$

$$\dot{\epsilon}_{slip} = f\left((\lambda)^3, \dots\right) \quad (5)$$

$\bar{L}$  et  $\lambda$  représentent respectivement l'intercepte linéaire moyen de la taille de grain et l'espacement interparticules.

Le point d'intersection des deux droites ( $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$ ) représente la vitesse de déformation maximale pour l'écoulement SP dans des conditions microstructurales données. La génération de nouvelles conditions microstructurales, pour rendre le GBS plus facile et bloquer le processus de fluage, peut conduire à l'augmentation de la vitesse de déformation maximale de l'écoulement superplastique. Sur la courbe 3.10b, les lignes interrompues représentent les nouvelles conditions microstructurales. Cette modification a entraîné une augmentation de la vitesse maximale de l'écoulement superplastique de  $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$  (i) vers  $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$  (ii).

Le paramètre le plus important ayant une influence directe sur une telle augmentation de la vitesse de déformation est la réduction de la taille de grain. D'autre part, il a été prouvé qu'une répartition bimodale des particules constituant la seconde phase conduit à une structure superplastique idéale. Les particules ultrafines bloquent les sous grains et les particules fines bloquent les grains fins. Ainsi, de faibles valeurs de  $\lambda$  et de  $\bar{L}$  sont simultanément présents dans la structure. .

A partir des relations (4) et (5), une série de prédictions donnent un aperçu sur l'effet de la taille de grain, l'espacement interparticules et la température sur la vitesse de déformation maximale, figure 3.11.

Sur la figure 3.11a, on remarque que pour une valeur fixe de  $\lambda$  (1 $\mu\text{m}$ ) une influence importante de la taille de grain sur la vitesse de déformation superplastique maximale ( $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$ ) est relevée à toutes les températures. En faisant varier  $\bar{L}$  de 100  $\mu\text{m}$  à des valeurs inférieures à 0.1  $\mu\text{m}$ ,  $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$  est varié depuis les valeurs glaciales de la vitesse de déformation aux valeurs typiques des grandes vitesses d'opération de formage tel que l'extrusion. L'influence de la température est également significative. Il est important de noter que la microstructure doit rester stable lors de l'augmentation de la température pour que les conditions restent réunies.

Les Fig. 3.11a et 3.11b, montrent l'influence de la taille de grain et l'espacement entre particules sur la  $\dot{\epsilon}_{SP_{max}}$  à  $0.6T_f$  et à  $0.72T_f$ . L'effet de la taille de grain est prépondérant, toutefois, l'effet de  $\lambda$  n'est pas négligeable [3].

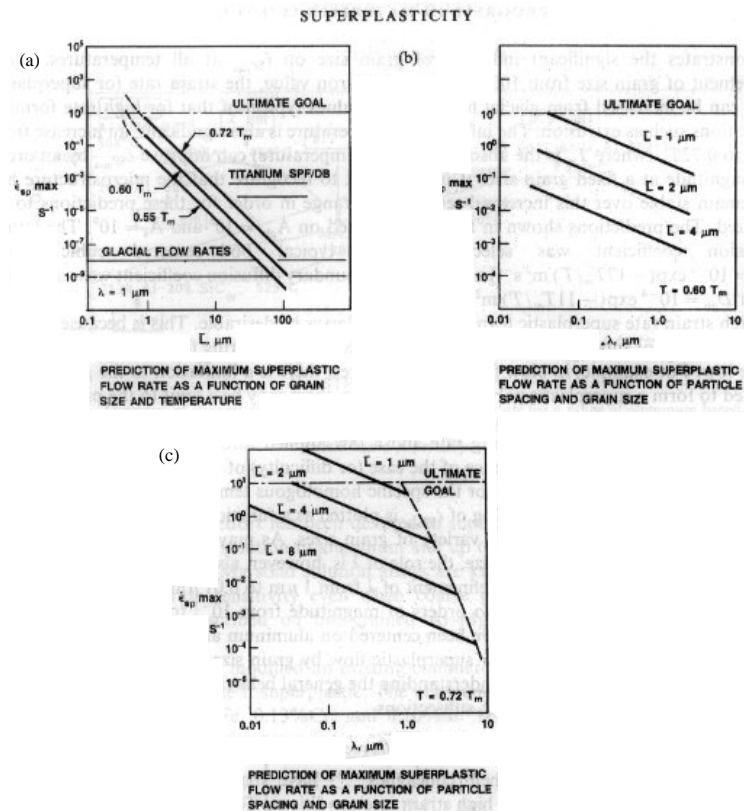


Figure 3.11 : Influence de la température, la taille de grain et l'espacement intFigure 4.6 : Evolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de refroidissement après un laminage contrôlé [37].

## CHAPITRE 4

### LE « X60 » : UN ACIER MICROALLIÉ A HAUTE LIMITE ELASTIQUE

#### 4.1. Les aciers microalliés à haute limite élastique (AHLE)

##### 4.1.1. Généralités

Les aciers microalliés à haute limite élastique (high-strength low-alloy steels) ont été développés durant les années 1960 et 1970. Pendant les années 1980 une augmentation substantielle de la production de ces aciers a eu lieu. Ils allaient graduellement remplacer les aciers de construction conventionnels [37].

Grâce à leur haute limite élastique, les aciers HLE permettent de faire un gain substantiel en poids. Le remplacement des aciers usuels traitables thermiquement par les aciers HLE est également intéressant du moment que le traitement thermique de ces derniers est réalisable par des méthodes beaucoup moins chères que la trempe et le revenu conventionnels [37].

Le terme "microallié" signifie que de petites quantités de Niobium, Vanadium, Titane... ont été ajoutées à l'acier. Ces additions contribuent dans l'augmentation de la résistance de l'acier ; par raffinement des grains et par durcissement de précipitation grâce aux carbides, nitrides ou carbo-nitrides. Le raffinement des grains qui contribue dans l'augmentation de la résistance à l'impacte est obtenu par traitement de normalisation et également par laminage contrôlé.

Parmi les aciers HLE, qui sont nombreux et qui peuvent être classés de différentes manières, nous nous intéresserons aux aciers HLE soudables.

La limite supérieure du taux de carbone dans les aciers de construction soudables est généralement fixée à 0.2%. Certaines normes tolèrent un taux quelque peu supérieur. Ce qui donne lieu à des aciers d'une limite élastique plus grande mais avec une résilience et une soudabilité plus faibles. Contrairement à cela, d'autres normes le fixe à des valeurs inférieures.

Ces aciers doivent également répondre à certaines valeurs de carbone équivalent ( $E_c$ ) [37].

$$\text{Avec :} \quad E_c = C + \text{Mn}/6 + (\text{Ni} + \text{Cu}) / 15 + (\text{Cr} + \text{Mo} + \text{V})/5 \quad (6)$$



#### 4.1.2. Principes métallurgiques

Conférer à un métal des caractéristiques mécaniques élevées revient à créer, à l'échelle microscopique, des obstacles qui s'opposent aux mouvements des dislocations ou glissements internes engendrés par une conduite externe. Ces obstacles peuvent être des joints de grains, des précipités ou des hétérogénéités chimiques ou géométriques dans le réseau cristallin. Ils constituent une barrière efficace pour la progression des dislocations dans les métaux. Il en est ainsi du fait que le passage par une surface de séparation change l'orientation du plan de glissement, alors que la surface de séparation elle-même est un domaine d'arrangement désordonné des atomes; c'est pourquoi plus le grain est fin (plus l'étendue des surfaces de séparation ou joints de grains est grande) plus la résistance du métal est élevée.

La relation de HALL-PETCH établit que la limite d'élasticité et la résilience sont inversement proportionnelles à la racine carrée du diamètre moyen du grain.

$$R_e = R_{e0} + K \cdot 1/\sqrt{d} \quad (7) \quad \text{Où } d \text{ est le diamètre du grain, } R_{e0} \text{ (Résistance initiale) et } K \text{ sont des constantes du métal considéré.}$$

$$1/O = A + B \cdot 1/\sqrt{d} \quad (8) \quad \text{Avec } O = T^\circ\text{C de transition, } A \text{ et } B \text{ sont les seuils de la zone de transition.}$$

Ces deux équations montrent bien que le diamètre moyen du grain est l'élément le plus important pour l'obtention d'une limite élastique élevée et une température de transition (ductile fragile) faible.

De son côté la structure à grains fins, par hérédité, est obtenue grâce au contrôle de la cinétique de grossissement et recristallisation du grain austénitique. Ce phénomène métallurgique se produit en général très rapidement dans les aciers ordinaires. Avec les aciers micro alliés, en conjuguant les effets d'une composition chimique judicieusement choisie et des conditions particulières de laminage, on arrive à freiner le grossissement du grain lors du chauffage et retarder sa cristallisation après déformation à chaud lors du laminage.

Certains éléments chimiques forment lors du laminage à chaud des précipités peu solubles dans l'austénite ; leur mise en solution ne peut se faire qu'à haute température. Tant qu'ils ne sont pas dissous, ils constituent un obstacle au grossissement des grains lors de la

crystallisation. Contrairement à cela, et à titre d'exemple, le vanadium, utilisé seul, n'est pas un bon affineur du grain d'austénite ; ses précipités se dissolvent complètement à une température se situant entre 950°C et 1000°C. L'Aluminium, le Niobium ou le titane, dont les températures de mise en solution complète sont très élevées (1050-1200 et 1350), sont par contre des éléments précieux pour retarder le grossissement austénitique (0.02% de Nb suffisent pour diminuer par 100 la vitesse de recristallisation à 870°C dans un acier à bas carbone). En plus de leur effet inhibiteur sur la recristallisation, et le grossissement du grain austénitique, ces éléments apportent un durcissement structural important.

En présence de cette hétérogénéité chimique, les dislocations ne peuvent se déplacer que sur de courtes distances avant de buter. La limite élastique ne sera atteinte que lorsque la contrainte est suffisamment élevée pour que les dislocations franchissent ces obstacles.

L'intensité du durcissement, ainsi réalisée, augmente avec la densité des précipités et il est fonction de leur nature, leur forme, leurs dimensions et leurs espacements. D'autre part, l'affinement du grain et le durcissement par précipitation sont tous les deux conditionnés par le chauffage des brames et les différents paramètres dans le laminage thermomécanique [38].

#### 4.1.3. Influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques

Un acier est un alliage à composants multiples, constitué de carbone et de plusieurs autres éléments. La présence de ces éléments s'explique soit par la difficulté de l'élimination de certains d'entre eux (S et P) soit par des additions volontaires (Mn, B, Al, Zr, Nb, V, Ti). La présence de ces éléments dans l'acier agit considérablement sur ses propriétés mécaniques.

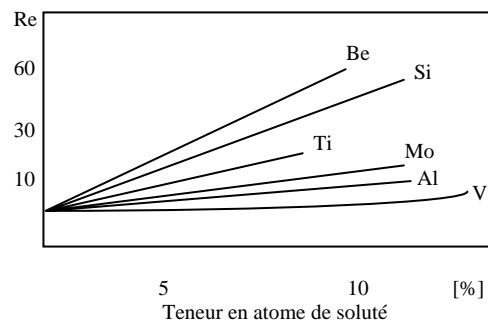


Figure 4.1 : Augmentation de la limite élastique en fonction des teneurs des différents éléments en solution solide dans le fer [38].

L'effet recherché de l'utilisation d'éléments dispersoïdes est l'obtention des charges de ruptures et des limites d'élasticité élevées avec une résilience suffisante sur des produits laminés, forgés ou moulés.

L'addition de ces éléments, dits dispersoïdes, principalement le bore, l'aluminium, le titane, le zirconium, le vanadium et le niobium, qui présentent tous une affinité marquée pour l'azote, sauf l'aluminium, et une affinité pour le carbone, conduit à la formation de nitrures et de carbonitrures. Ces nitrures et carbonitrures, parfaitement solubles à haute température (1200°C), précipitent aux températures 850/950° sous l'action de la déformation lors du laminage et donnent des résultats très bénéfiques sur les caractéristiques mécaniques [38, 39].

On se bornera dans ce qui suit à citer les effets des éléments d'alliages existant réellement dans le X60.

#### 4.1.3.1. Carbone

Le Carbone est présent dans l'acier sous forme de cémentite ( $Fe_3C$ ), une partie en solution solide dans la ferrite (fer Alpha), l'autre partie en combinaison chimique avec cette dernière sous forme de perlite. La dureté de la cémentite est sensiblement plus grande que celle de la ferrite. Les particules dures et fragiles de la cémentite, contenues dans l'acier, perturbent le réseau de la ferrite et font augmenter ainsi la résistance à la déformation tout en dégradant la plasticité et la ductilité.

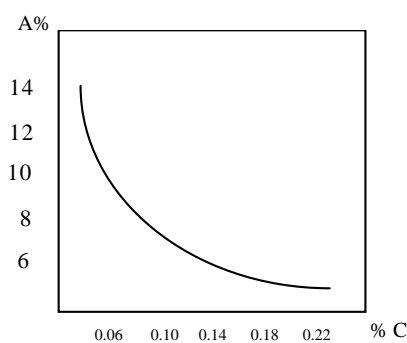


Figure 4.2 : Influence de la teneur en Carbone sur le taux d'allongement (A%) à la rupture d'éprouvettes entaillées de traction [38].

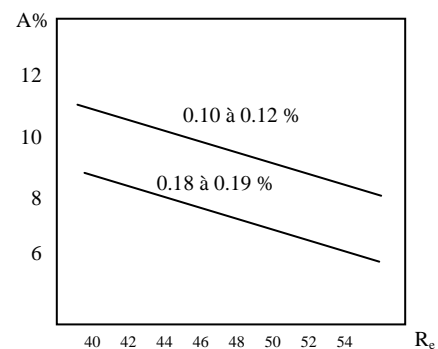


Figure 4.3 : Relation entre taux d'allongement (A%) à la rupture et la limite élastique ( $R_e$ ) pour deux niveaux de teneur en C d'après T. YAMAGUCHI et al [38].

Il en résulte que l'augmentation de la teneur de l'acier en Carbone accroît la dureté, la charge à la rupture et la limite élastique tout en diminuant l'allongement, la striction et la

résilience. Aussi, le carbone augmente la température de transition (ductile-fragile) et par conséquent la fragilité de l'acier à froid. Il augmente le taux de perlite dans la microstructure et participe à la formation de carbures de carbonitrides. Il augmente la solubilité du Niobium et de ce fait il augmente le potentiel de durcissement structural. Il abaisse la transformation gamma-alpha et peut donc conduire directement à un affinement du grain ferritique. Dans les aciers faiblement perlitiques, sa teneur est limitée à un niveau très bas à cause de son effet néfaste sur la soudabilité et la résilience.

#### 4.1.3.2. Azote

Il joue un rôle analogue à celui du Carbone ; il est formateur de nitrures et de carbonitrides à hautes températures. Il provoque l'affinement structural, surtout dans les aciers au vanadium. De faible solubilité dans l'austénite que les carbures de Vanadium, les nitrures de Vanadium améliorent le raffinement des grains. Sa présence en quantités importantes dans les aciers conduit à la fragilisation.

#### 4.1.3.3. Manganèse

Le Manganèse est un élément durcissant. En solution dans la ferrite, il augmente la limite élastique, la résistance à la rupture et diminue la température de transition. En plus de son caractère d'élément gammagène qui fait retarder la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$ . Il favorise la précipitation des nitrures et carbonitrides et provoque une répartition plus fine de précipités ; il joue alors un rôle d'affineur de grains.

A chaud, le Manganèse améliore l'usinage de l'acier en bloquant le Soufre sous forme de sulfures de Manganèse et en empêchant la formation de sulfures de fer (FeS), qui ont un effet néfaste sur la fragilité à chaud de l'acier. Combiné avec une bonne teneur en Carbone, il permet d'obtenir des propriétés mécaniques élevées. Toutefois, comme le Carbone et pour des raisons de soudabilité, la teneur du Manganèse est limitée à 1.5%.

#### 4.1.3.4. Silicium

Le Silicium contribue de la même manière que le Manganèse au relèvement de la limite d'élasticité, mais favorise la transformation de l'austénite en ferrite polygonale à gros grains. Il relève la température de transition et par conséquent il affecte la résilience. Une teneur élevée de cet élément augmente sensiblement la fissuration à froid et détériore la ténacité des joints de grains.

#### 4.1.3.5. Niobium

C'est un élément dispersoïdes qui se met en solution à haute température. Il est très efficace dans l'affinement du grain austénitique lorsqu'il précipite au cours du laminage sous forme de nitrures Nb(N) ou carbonitrures Nb(CN) par sa contribution au freinage des grains recristallisés.

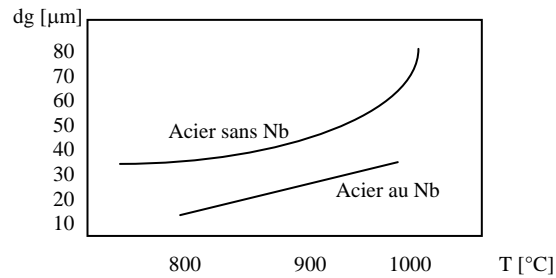


Figure 4.4 : Evolution du diamètre moyen du grain en fonction de la température pour un acier au Nb et un autre sans Nb [38].

En solution dans l'austénite, le Niobium retarde aussi bien la recristallisation statique que la recristallisation dynamique. Il agit comme inhibiteur de la recristallisation de l'austénite et provoque un durcissement structural. Il a été démontré que dans un acier à bas Carbone les additions en Niobium n'exercent une influence notable qu'à partir de 0.04 %. A des températures de laminage identiques, le Niobium est un élément plus efficace dans le raffinement du grain que le Vanadium. La faible solubilité du carbure de Niobium dans l'austénite fournit des précipités plus stables, qui retardent la croissance des grains austénitiques.

#### 4.1.3.6. Vanadium

Il a le même effet que le Niobium cependant avec moins d'efficacité. Les précipités de Vanadium participent peu à l'affinement des grains en raison de la température relativement faible de leur mise en solution. L'effet durcissant par contre est assez appréciable.

#### 4.1.3.7. Titane

Le Titane participe efficacement dans le durcissement structural en favorisant la formation de carbonitrures Ti(CN) fins. La température relativement élevée de mise en solution des nitrures et carbonitrures de Titane permet à cet élément de jouer un rôle important dans le contrôle de grossissement du grain austénitique et son affinement. Il fixe l'azote aux hautes températures bien avant que ne le fait le Niobium et le Vanadium. Il risque même, s'il est

en forte proportion, de réduire l'effet recherché par ces deux éléments. Le titane réduit la formation de sulfures de manganèse en fixant, dès les faibles teneurs, le soufre contenu dans l'acier et forme des sulfures difficilement déformables qui augmentent la ténacité. Le Titane s'oxyde facilement et forme des impuretés, il absorbe facilement l'hydrogène et préserve ainsi l'acier de l'effet fragilisant de cet élément.

#### 4.1.4. Traitement thermomécanique

Après un laminage conventionnel, un acier correctement allié obtient la limite élastique et

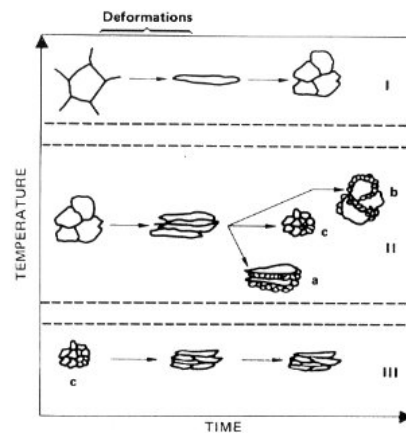


Figure 4.5 : Modifications du grain austénitique durant le laminage contrôlé [37].

la résistance ultime à la traction souhaitées. Le laminage est accompagné d'un traitement de normalisation ; sans quoi, il n'est pas possible de garantir une résilience minimale (27j) à une température inférieure à 20°C. D'autre part, après un tel traitement, les aciers alliés au Vanadium, qui forment les aciers des plus hautes limites élastiques, subissent une chute de la limite élastique d'environ 100 N/mm<sup>2</sup>. De même pour les aciers au Niobium qui subissent une chute de la limite élastique d'environ 30 N/mm<sup>2</sup>.

A l'aide de la technique dite du laminage contrôlé, on peut combiner la haute résistance et la haute ténacité. Le laminage contrôlé signifie que la température de fin de laminage est séquentielle ; de telle sorte qu'après la dernière passe la température soit tellement basse pour qu'aucune recristallisation n'ait lieu et si elle a légèrement eu lieu, il n'y a pas de grossissement de grain.

Le contrôle de la recristallisation est conditionné par la température d'austénitisation, la température de début et de fin de laminage, le taux de déformation et la vitesse de laminage. Les micros additions influencent également le contrôle de la recristallisation puisqu'il augmentation la limite inférieure de la température.

La combinaison de ces paramètres peut être assimilée, selon les lois de comportements métallurgiques et mécaniques à haute température sur le laminage à chaud, à la superposition de deux lois :  $\varepsilon = f(t)$  et  $T = f(t)$ . La combinaison judicieuse de ces lois favorise le travail dans un domaine où la recristallisation est minimale.

La figure 4.5 montre trois séquences d'un laminage à chaud dans lesquelles l'austénite est en premier déformée par laminage à chaud puis recristallisée de différentes manières [40].

**Séquence i:** Cette séquence a lieu lors d'un laminage ordinaire dans lequel la température de fin de laminage est au-dessus de 1000°C. Les grains d'austénite déformés recristallisent rapidement et le grossissement des grains devient important.

**Séquence ii:** Le processus de recristallisation peut suivre une des alternatives décrites ci-dessous quand la température de fin de laminage tourne autour de 1000°C.

**Alternative a :** La recristallisation est incomplète ; elle n'est localisée qu'au niveau des joints de grains.

**Alternative b :** La recristallisation est complète ; seulement, parallèlement à cette recristallisation, un grossissement partiel de grains opère.

**Alternative c :** La recristallisation est complète et donne lieu à une structure à grains fins. La transformation ultérieure de l'austénite vers la ferrite donne lieu à une structure homogène avec la plus petite taille de grain. Ceci alloue les meilleures propriétés au matériau.

**Séquence iii:** A des températures avoisinant les 900°C et plus basses la recristallisation n'a pas lieu et la structure finale est une structure ferritique à grains fins polygonal avec une faible densité de dislocation.

Il est également possible d'influencer les propriétés mécaniques par le contrôle de la vitesse de refroidissement après la passe finale. La figure 4.6 montre la réduction de la résistance d'un acier (0.12%C, 0.35%Si, 1.35%Mn, 0.09%V, 0.013%N) comme résultat de la normalisation [41].

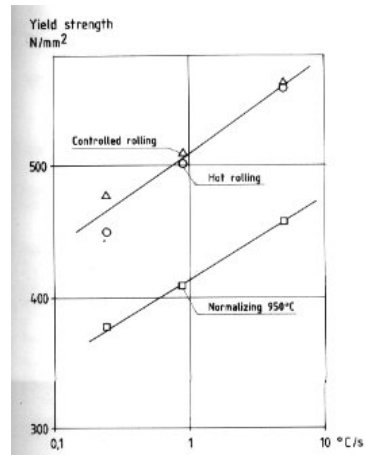


Figure 4.6 : Evolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de refroidissement après un laminage contrôlé [37].

## 4.2. L'Acier X60 [38]

Il s'agit d'un acier appartenant à la catégorie des aciers laminés à chaud de qualités définies par la norme API (American Petroleum Institute). Cette catégorie d'acier est destinée à la fabrication de tubes soudés spirales. La soudure s'effectue généralement à l'arc immergé sous flux.

Ces tubes servent essentiellement à la construction d'oléoducs et gazoducs pour le transport des hydrocarbures, ils peuvent dans certains cas être utilisés dans le transport hydraulique.

Pour le renforcement de la qualité, les tubes peuvent subir, dans certains cas et selon le mode de soudure utilisé, un traitement thermique de recuit ou de trempe et revenu.

La désignation des aciers à HLE, selon la norme API, comporte la lettre « x » suivie de la valeur de la limite d'élasticité correspondante exprimée en PSI (Pounds Square Inchs, 1PSI = 0.703 Kgf/mm<sup>2</sup>) sur mille.

### 4.2.1. Exigence de la qualité X60

De part leur utilisation et leur mode de fabrication, les tubes exigent une qualité de plus en plus performante par une composition chimique sévère et par des propriétés mécaniques conséquentes (Amélioration distributions des éléments).

### 4.2.2. Composition Chimique

Tableau 4.1 : composition chimique fournie par SIDER

| C %  | Mn%  | Si % | S, P % | Al%   | Nb%   | V %   | Ti %  | C.Eq% |
|------|------|------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0.09 | 1.35 | 0.10 | <0.02  | 0.020 | 0.070 | 0.030 | 0.030 | 0.30  |
| à    | à    | à    |        | à     | à     | à     | à     | à     |
| 0.13 | 1.55 | 0.20 |        | 0.080 | 0.100 | 0.060 | 0.060 | 0.38  |



#### 4.2.3. Caractéristiques Mécaniques

Les caractéristiques mécaniques, selon A.P.I., correspondent, sauf spécifications particulières de certains utilisateurs, aux valeurs portées sur le tableau ci-après :

Tableau 4.2 : caractéristiques mécaniques du X60 fournies par SIDER

| QUALITE | Re [kgf/mm <sup>2</sup> ]<br>mini | R [kgf/mm <sup>2</sup> ]<br>Mini | A %<br>mini |
|---------|-----------------------------------|----------------------------------|-------------|
| X60     | 42.2                              | 54.8                             | 22          |

Avec : Une limitation du rapport E/R à 0.85

### 4.3 Fabrication des aciers à haute limite élastique au niveau du complexe SIDER [38]

#### 4.3.1. Historique

La production des aciers soudables, destinés à la fabrication de tubes pour le transport des hydrocarbures, entamée au complexe SIDER depuis l'année 1974, n'a pas été en marge des progrès réalisés dans le monde. Les efforts consentis dans ce domaine par l'entreprise, pour le développement de modèles de fabrication susceptibles d'élever la qualité de ces aciers, se justifiaient et se justifient par les besoins accrus de plus en plus ressentis en énergie et le souci de plus en plus croissant des industriels portés sur la réduction du poids, l'économie de matière, les coûts et prix de revient les plus bas.

Seules les nuances X42 et X46 étaient réalisées et transformées en tubes soudés au niveau de la tuberie de Reghaia (ANABIB). Ces qualités d'acier étaient produites à partir de types d'aciers au carbone et au manganèse désignés sous les vocables (Désignation internes à SIDER) : C14 - C16 et C17 (Le C veut dire acier au carbone et le chiffre qui le suit indique la teneur moyenne de cet élément par 100). Les types d'aciers C14 et C16 étaient utilisés pour la réalisation de la nuance X42, alors que le C17 servait à la production de la nuance X46. Les tubes obtenus dans ces qualités sont destinés au transport urbain de gaz et à la distribution hydraulique.

La production de la nuance X52 a connu par contre plusieurs étapes en vue de l'amélioration de sa qualité. Elle a vu l'introduction d'un acier micro allié dénommé N16 contenant jusqu'à 0.06 % de Niobium et une teneur en carbone de 0.18 % max. Cet acier a permis de produire de fortes épaisseurs. La production des épaisseurs plus fortes (10.31-11.25 et 12.60 mm) a nécessité l'utilisation d'un acier micro allié renforcé en plus du niobium par une teneur en Vanadium allant jusqu'à 0.06 %. La teneur en Carbone légèrement réduite a été compensée par une relative augmentation de Manganèse. Les exigences de qualités, concernant notamment l'amélioration de la résilience, ont conduit, à

partir de l'année 1981, à l'utilisation d'un type d'acier dénommé NV12, ce dernier contient du Niobium du Vanadium et une teneur en carbone ne dépassant guère 0.14 %.

Les résultats de nombreuses expériences tentées à travers le monde ont montré l'influence néfaste du carbone tant sur la résilience que sur la soudabilité. On a assisté depuis à une diminution remarquable de la teneur en Carbone des aciers à HLE produits dans le monde (on parle dans ce cas de Carbone équivalent qui est égal en général à  $\% C + \% Mn/6$ , cette formule est déterminée empiriquement par chaque producteur d'acier).

Pour palier à la diminution de la limite élastique consécutive à cet appauvrissement en Carbone, les fabricants ont été contraint d'utiliser de nouvelles techniques de fabrication notamment, le traitement thermomécanique et l'utilisation d'aciers faiblement perlitiques micro alliés. C'est ainsi que le Laminoir à chaud s'est lancé dans une série d'essais lesquels ont abouti à la définition d'un acier faiblement perlitique micro allié appelé NV10 renforcé par une teneur en Titane comprise entre 0.030 et 0.060 %. Cet acier se caractérise aussi par une teneur en Carbone plus faible (0.13 % max.), un Manganèse plus élevé jusqu'à 1.55 % et un bas Silicium 0.20 % pour prévenir contre les risques de fissuration à froid des tubes.

#### 4.3.2. Evolution de la composition chimique des aciers à HLE à SIDER

Tableau 4.3 : évolution de la composition chimique des aciers HLE produits au niveau du complexe SIDER

| TYPES ACIERS | C%   | Mn%  | Si%  | S%    | P%    | Al%   | Nb%   | V%    | Ti%   | C.eq% |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| C14          | 0.09 | 0.60 | 0.15 | <=    | <=    | <=    | --    | --    | --    | 0.22  |
|              | 0.15 | 0.85 | 0.30 | 0.035 | 0.030 | 0.020 |       |       |       | 0.27  |
| C16          | 0.13 | 0.65 | 0.15 | <=    | <=    | >=    | --    | --    | --    | 0.25  |
|              | 0.18 | 0.86 | 0.30 | 0.035 | 0.030 | 0.020 |       |       |       | 0.30  |
| CI7          | 0.14 | 0.80 | 0.15 | <=    | <=    | >=    | --    | --    | --    | 0.29  |
|              | 0.20 | 1.00 | 0.30 | 0.035 | 0.030 | 0.020 |       |       |       | 0.34  |
| N 16         | 0.14 | 1.10 | 0.20 | <=    | <=    | 0.020 | 0.020 | --    | --    | 0.32  |
|              | 0.18 | 1.30 | 0.30 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.060 |       |       | 0.40  |
| NV15         | 0.13 | 1.15 | 0.20 | <=    | <=    | 0.020 | 0.020 | 0.020 | --    | 0.32  |
|              | 0.17 | 1.36 | 0.30 | 0.020 | 0.020 | 0.060 | 0.060 | 0.060 |       | 0.39  |
| NV12         | 0.10 | 1.35 | 0.25 | <=    | <=    | 0.020 | 0.030 | 0.030 | --    | 0.32  |
|              | 0.15 | 1.50 | 0.40 | 0.020 | 0.020 | 0.060 | 0.060 | 0.060 |       | 0.39  |
| NV10         | 0.13 | 1.35 | 0.10 | <=    | <=    | 0.020 | 0.080 | 0.040 | 0.030 | 0.34  |
|              | Maxi | 1.55 | 0.20 | 0.020 | 0.020 | 0.080 | 0.100 | 0.080 | 0.060 | 0.39  |

## CHAPITRE 5

### EXPERIENCE (MATERIAU A L'ETAT REÇU)

#### 5.1 Matériau et éprouvette d'essai

##### 5.1.1. Matériau

Le matériau qui fait l'objet de la présente étude, est un acier à haute limite élastique (AHLE) de production nationale, dénoté X60. Il nous est fourni par l'ex société nationale SIDER sous la forme d'une tôle de 1000 X 1000 X 10.31 mm. Il est issu de la coulée de référence n° 10684. La composition chimique et les caractéristiques mécaniques livrées avec l'acier sont données dans les tableaux suivants :

##### 5.1.2. Composition chimique

| élément | C    | Mn   | Si   | S     | P     | Al    | Nb    | V     | Ti    |
|---------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| %       | 0.12 | 1.39 | 0.16 | 0.011 | 0.007 | 0.033 | 0.066 | 0.039 | 0.030 |

##### 5.1.3. Caractéristiques mécaniques

| Désignation | Mode de fabrication | R <sub>02</sub> Kgf/mm <sup>2</sup> | R <sub>r</sub> Kgf/mm <sup>2</sup> | A % |
|-------------|---------------------|-------------------------------------|------------------------------------|-----|
| X60         | Laminage            | 48.4                                | 61.3                               | 25  |

##### 5.1.4. Eprouvette d'essai:

Les éprouvettes utilisées dans les tests de traction à chaud répondent en matière de proportion dimensionnelles et conditions sur les raccords aux exigences de la norme ASTM E 21 – 79 et E 8M [42]. Elles sont prélevées de la tôle dans le sens du laminage et usinées sur fraiseuse horizontale, afin de leur conférer la forme présentée sur la figure 5.1. Elles sont plates avec des extrémités prismatiques à faces parallèles et possèdent une longueur utile de 20 mm et une section rectangulaire de 4x10 mm<sup>2</sup>.

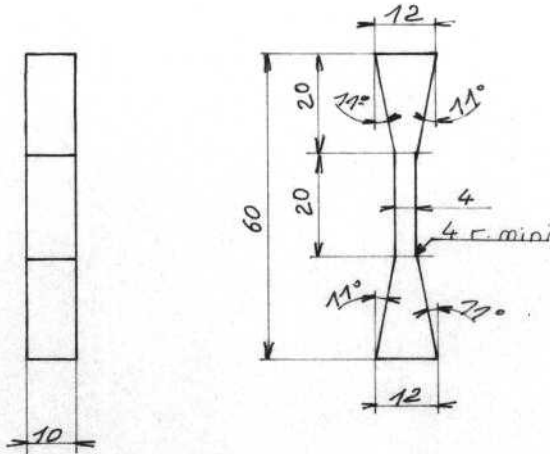


Figure 5.1 : Dessin coté de l'éprouvette utilisée dans les essais de traction à chaud.



Figure 5.2 : Photo de l'éprouvette destinée aux essais de traction à chaud.

## 5.2 Protocole expérimental

Dans le but d'optimiser les paramètres influençant le comportement en traction à chaud du matériau X60, une approche séquentielle consistant à discrétiser l'étude en plusieurs étapes a été adoptée. Dans sa globalité l'étude vise l'investigation du comportement du X60 dans la plage de température variant entre 750°C et 900°C et la plage de vitesse de déformation allant de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Des essais de traction à chaud sont ainsi programmés. Ils ont été précédés d'un essai de traction du matériau à son état reçu et à température ambiante.

En plus de la température et la vitesse de déformation, comme paramètres influençant directement le comportement à chaud de l'acier, nous avons introduit un traitement thermomécanique sur l'acier et étudié son comportement à chaud.

Nous distinguons donc deux grandes parties sur lesquelles s'articule le protocole expérimental. La première partie concerne l'étude du matériau à son l'état reçu et la seconde son étude après traitement thermomécanique. Une série d'essais dans les plages de température et de vitesse de déformation, citées plus haut, a été réalisée sur le matériau à l'état reçu. Le meilleur couple  $(T^\circ, \dot{\epsilon})$  a été par la suite utilisé dans les essais sur le matériau traité.

Dans cette première partie nous ne nous intéresserons qu'à l'étude du matériau à l'état reçu.

- ❖ Dans un premier temps, nous avons fixé la température et procédé à l'exécution d'essais à différentes vitesses de déformation :

- Pour  $T = 750^{\circ}\text{C}$  trois vitesses de déformations ont été utilisées :  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .
  - Pour  $T = 800^{\circ}\text{C}$  également à, respectivement :  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , et finalement
  - Pour  $T = 850^{\circ}\text{C}$  les mêmes vitesses ont été utilisées  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .
- ❖ Dans un second temps, et à la lumière des résultats de la première campagne d'essai, nous avons affiné les résultats trouvés par l'introduction de nouvelles températures et de nouvelles vitesses de déformation intermédiaires. Des essais ont été réalisés à des températures de 775, 790, 810, 825, 875 et 900 °C et à des vitesses de déformation de  $2 \cdot 10^{-3}$ ,  $1.42 \cdot 10^{-3}$ ,  $1.17 \cdot 10^{-3}$ ,  $0.8 \cdot 10^{-3}$ ,  $0.6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 5.3 Dispositif expérimental :



Figure 5.3 : Vue générale de l'installation

Comme cité plus haut, pour réaliser les essais à chaud et optimiser les taux de déformation, deux paramètres doivent être contrôlés, à savoir, la vitesse de déformation et la température. Une installation expérimentale, disponible au Laboratoire des Etudes Mécaniques Matériaux Nucléaires, permet la réalisation de tels essais, figure 5.3. Cette installation comporte trois systèmes distincts :

- ❖ Le système de sollicitation mécanique.

- ❖ Le système de chauffage.
- ❖ Le système de refroidissement.
- ❖ Le système d'acquisition et stockage des données

#### 5.3.1. Le système de sollicitation mécanique :

Une machine de traction universelle, modèle INSTRON 1185, de capacité 100 KN permet d'exercer la sollicitation de traction sur une éprouvette placée entre ses deux mors. Le mord supérieur est fixe alors que le mord inférieur est solidaire d'une traverse mobile. Le mouvement de la traverse, assuré par une vis sans fin, est entièrement commandé via une console, figure 5.4. Cette console possède plusieurs étages, chacun dédié à une fonction bien précise. Elle permet, entre autres, la présélection de la vitesse de chargement mécanique soit par contrôle de déplacement ou contrôle de déformation. D'autre part, la console permet l'acquisition des données (charge et déplacement ou déformation) et leur report sur une table traçante.



Figure 5.4 : Photo de l'unité de commande de l'installation.

### 5.3.1.1. Le système d'amarrage

Nous soulignons ici que, d'une manière spécifique et pour la présente étude, un système d'amarrage a été conçu et réalisé pour accommoder la forme particulière des éprouvettes d'essais. Le système ainsi conçu est présenté sur les figures 5.5 et 5.6. Il est constitué de deux tenons adaptés aux pièces axistantes de la machine sur chacun desquels une semelle est fixée. Celle-ci comporte des cales qui épousent la forme de l'extrémité de l'éprouvette.

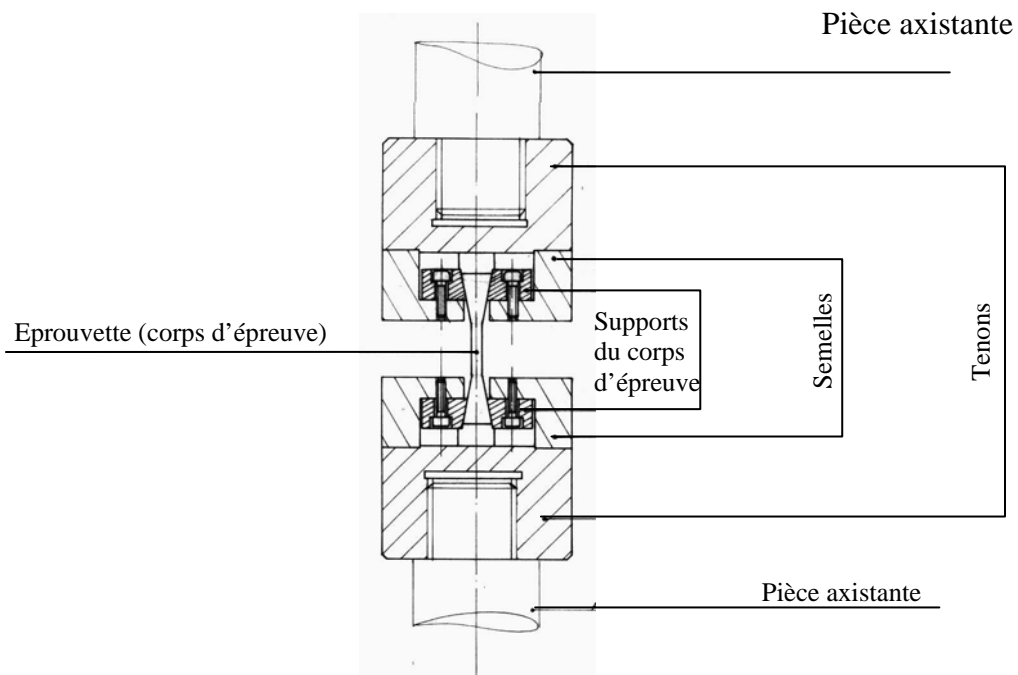


Figure 5.5 : Schéma du système d'amarrage des éprouvettes.



Figure 5.6 : Photo du système d'amarrage avec corps d'épreuve à l'intérieur.

### 5.3.2. Le système de chauffage :

L'éprouvette, montée entre les mors de la machine, évolue au cours de l'essai dans l'enceinte d'un four tubulaire ouvrant. Le four, modèle INSTRON 5.F375D, permet d'atteindre des températures allant jusqu'à 1000 °C. Il se compose de trois compartiments de chauffage superposés et gérés séparément par « l'Instron Self Adaptive Temperature Controller » (ISATC). Ces trois compartiments servent à homogénéiser la température le long de l'enceinte.



Figure 5.7 : Photos du four INSTRON 5.F375D



Figure 5.8 : Photo de l'ISATC

L'ISATC (figure 5.8) peut être décrit comme une unité de contrôle du four. Il offre à l'utilisateur, en plus de la possibilité de programmer une température à atteindre et une vitesse de chauffage, la possibilité de pouvoir gérer séparément les trois compartiments du four par le biais de trois thermocouples qui lui sont connectés.



- ❖ Le spécimen Top : prélève la température au niveau supérieur du four ou de l'éprouvette.
- ❖ Le specimen Center : prélève la température au niveau centre du four ou de l'éprouvette.
- ❖ Le specimen bottom : mesure la température au niveau inférieur du four ou de l'éprouvette.

Les températures ainsi prélevées servent à la gestion de la température le long de l'enceinte du four. Elles peuvent être affichées sur le panneau du contrôleur. Une fois la température consigne est atteinte le four exhibe une grande stabilité avec une sensibilité de 0.1 degré Celsius et une marge d'un degré.

Un quatrième thermocouple type R contrôle l'intégrité du four. Ce thermocouple qui est placé au niveau des éléments chauffants contrôle leur température et émet un signal d'alerte suivi d'une commande d'arrêt du chauffage dans le cas où cette température dépasse 1200°C. L'ISATC offre également la possibilité de connexion de deux autres thermocouples pour le suivi de la température. Toutefois, ces deux thermocouples n'ont aucun rôle de contrôle.

La figure 5.9 montre l'évolution de la température en fonction du temps dans l'un des essais réalisés sur le X60. La courbe supérieure est celle prélevée par le thermocouple de contrôle de l'intégrité du four ; c'est la température au niveau des éléments chauffants. Les deux courbes inférieures, qui sont pratiquement superposées, sont celles prélevées aux niveaux inférieur et supérieur de la section utile de l'éprouvette.

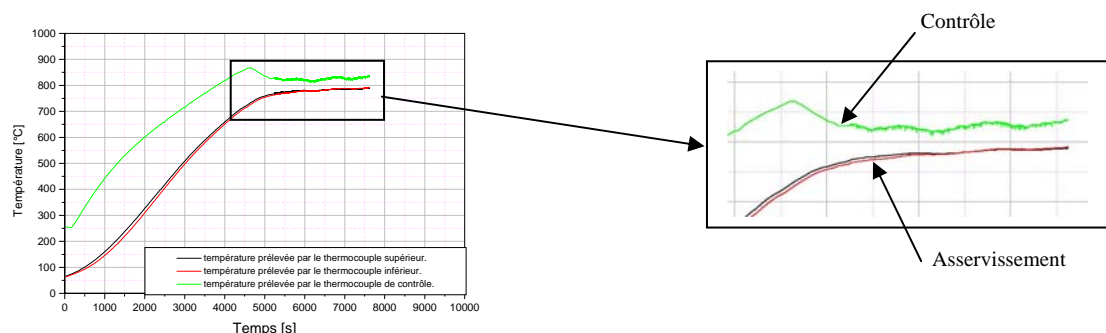


Figure 5.9 : Courbes Température = f (temps) Pour deux thermocouples d'asservissement et un thermocouple de contrôle de la température des éléments chauffants

### 5.3.3. Le système de refroidissement.

Sur l'INSTRON 1185 et dans sa position au-dessus du four, la cellule de charge reçoit une grande quantité de chaleur. Cette chaleur provient principalement par conduction du mord supérieur.



Figure 5.10 Photo du système de refroidissement au dessus du four.

Afin d'éviter l'influence de la température sur le pont de mesure, à l'intérieur de la cellule de charge, un dispositif de refroidissement est inséré entre elle et le mord supérieur. Il s'agit d'un disque en acier inox muni de deux ouvertures constituant l'entrée et la sortie d'un circuit de circulation du liquide caloporteur. Ce disque est relié à un bac d'eau par un ensemble de conduites et une pompe de circulation. L'eau qui y circule assure l'extraction de la chaleur. Un circuit ouvert peut également être utilisé.

### 5.3.4. Le système d'acquisition et stockage des données

Dans le but d'améliorer et de faciliter le traitement des résultats d'essais, un logiciel d'acquisition a été développé à l'abord de cette étude. Ce logiciel permet d'acquérir les données à partir de la machine d'essai et de les transmettre directement vers un microordinateur pour y être stockées. Simultanément avec l'opération de stockage, le logiciel permet le suivi graphique des courbes. Au choix, les courbes Charge = f(déformation), déformation = f(temps) ou la température = f(temps) peuvent être suivies on line sur la visu du microordinateur.

## CHAPITRE 6

### RESULTATS

Les résultats d'essais réalisés sur le X60 sont présentés ci-après selon l'ordre chronologique de leur réalisation et tel que rapporté dans le protocole expérimental. Nous verrons donc, dans un premier lieu, les résultats d'essais réalisés à température ambiante suivi par les résultats d'essais réalisés à hautes températures sur le matériau à l'état livré.

#### 6.1 Résultats d'essai de traction à température ambiante

Les figures 6.1 et 6.2 représentent respectivement les résultats des essais de traction réalisés sur l'acier X60 respectivement dans le sens du laminage et celui perpendiculaire au sens du laminage. Les essais sont réalisés à la température ambiante et à l'état reçu du matériau.

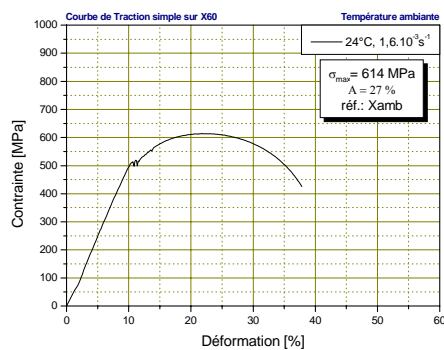


Figure 6.1 : Courbe  $\sigma = f(\varepsilon)$  du X60, testé dans le sens du laminage en traction et à température ambiante.

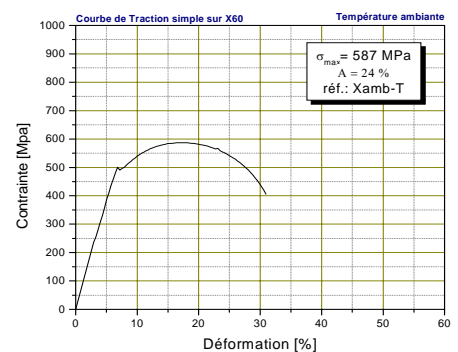


Figure 6.2 : Courbe  $\sigma = f(\varepsilon)$  du X60, testé dans le sens  $\perp$  au sens du laminage en traction et à température ambiante.

Les deux courbes ainsi obtenues permettent de comparer le comportement mécanique de l'acier dans les deux directions ; celle du laminage et la direction transversale. La comparaison dénote un comportement très proche l'un de l'autre. Cette similitude dans le comportement peut bien relever de l'isotropie du matériau. En effet, on peut remarquer à l'échelle microscopique que le matériau, après le laminage contrôlé qu'il a subi durant sa production, ne possède pas de texture, figure 6.3.

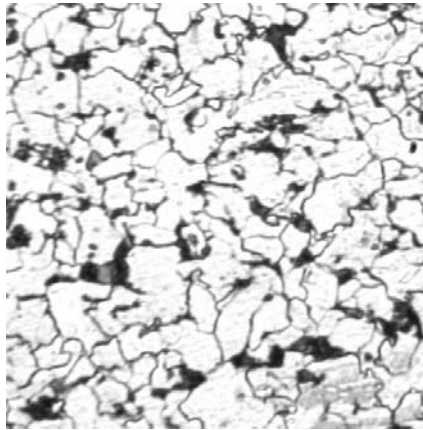


Figure 6.3 : Microstructure du X60 à l'état livré 500X

## 6.2 Résultats d'essai de traction à chaud

Des éprouvettes ont été séparément testées en traction à chaud à des températures comprises entre 750°C et 850°C, avec un pas de 50°C, et à des vitesses de déformation évoluant dans l'intervalle  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les essais sont réalisés par palier de température dans le but de localiser les valeurs optimales de la température et de la vitesse de déformation.

### 6.2.1. Résultats d'essais réalisés à 750°C

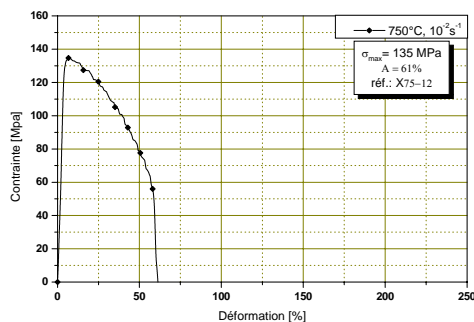


Figure 6.4 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 750^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

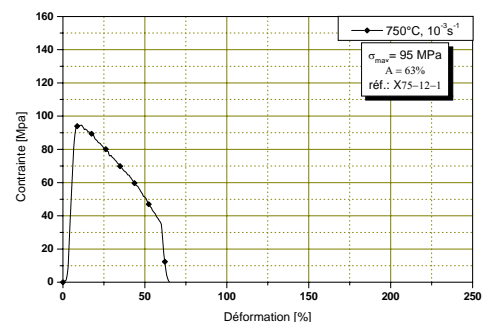


Figure 6.5 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 750^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

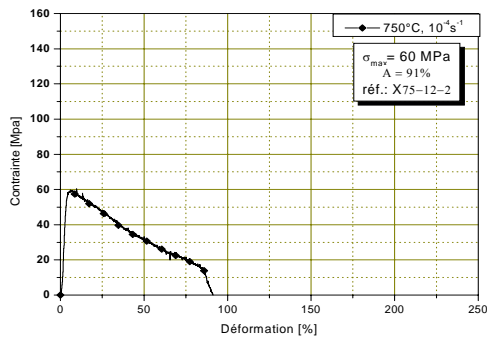


Figure 6.6 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60  $T = 750^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$ .

## 6.2.2. Résultats d'essais réalisés à $800^{\circ}\text{C}$

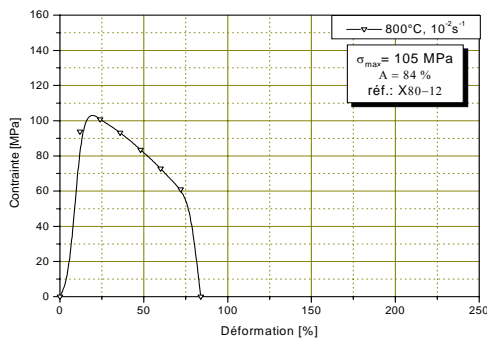


Figure 6.7 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 800^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$ .

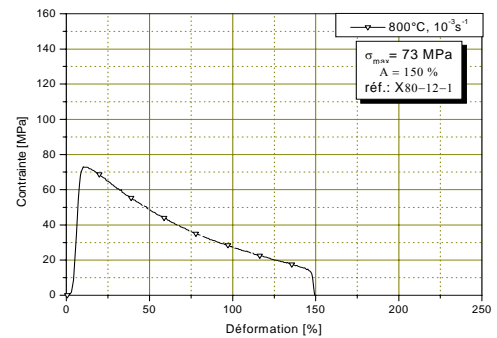


Figure 6.8 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 800^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

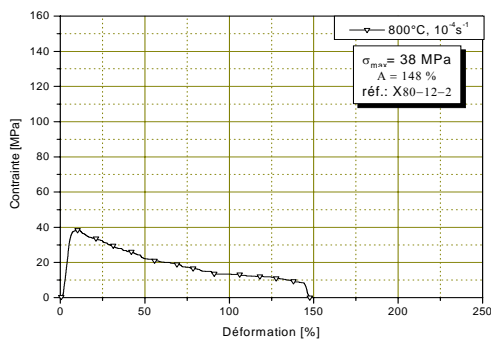


Figure 6.9 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 800^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$ .

### 6.2.3. Résultats d'essais réalisés à 850°C

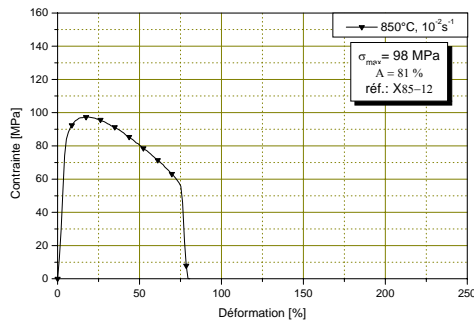


Figure 6.10 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 850^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$ .

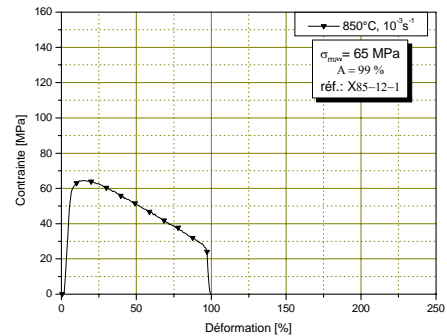


Figure 6.11 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 850^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

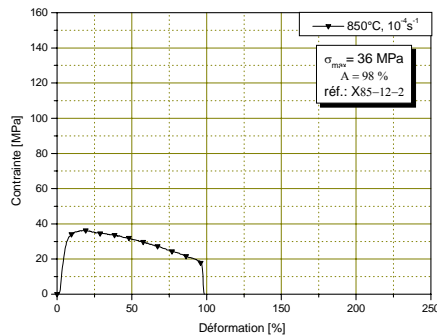


Figure 6.12 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60,  $T = 850^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$ .

### 6.2.4. Evolution de la déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation

Les résultats d'essais ainsi obtenus nous ont permis, dans un premier abord, de localiser le couple de valeurs (température et vitesse de déformation) qui a conduit à la déformation optimale. En effet, si on reporte sur un graphe les élongations obtenues en fonction de la température à différentes vitesses de déformation, on constate que les courbes présentent toutes un maximum à la température de  $800^{\circ}\text{C}$ , figure 6.14. Exception faite dans le cas de la vitesse de déformation  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  où les élongations à  $800^{\circ}\text{C}$  et à  $850^{\circ}\text{C}$  sont presque égales. De même, quand on reporte les élongations obtenues en fonction de la vitesse de déformation à différentes températures, le maximum de déformation est observé à la vitesse de déformation  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ ; exception faite dans le cas de la température  $750^{\circ}\text{C}$  où les

élongations à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  et  $10^{-2}\text{s}^{-1}$  sont presque identiques et la valeur maximale de l'élongation est obtenue à la vitesse de déformation de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ , figure 6.13.

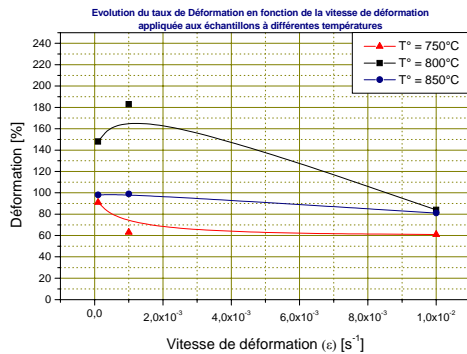


Figure 6.13 : Evolution du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation aux températures  $750^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$ .

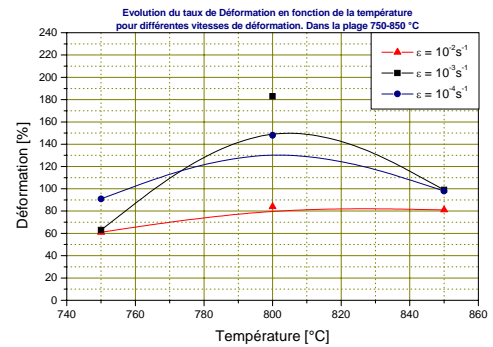


Figure 6.14 : Evolution du taux de déformation en fonction de la température aux vitesses de déformation  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ ,  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ ,  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ .

### 6.2.5. Evolution de la contrainte en fonction de la température et de la vitesse de déformation

Nous avons reporté la contrainte maximale développée par les éprouvettes au cours de leurs sollicitations en fonction de la température d'essai pour les différentes vitesses de déformation. Nous relevons des courbes obtenues que la contrainte maximale diminue avec l'augmentation de la température ; ce qui traduit un adoucissement relatif en fonction de la température. D'autre part, la diminution de la contrainte maximale est également fonction de la diminution de la vitesse de déformation. En quelque sorte, la diminution de la vitesse de déformation et synonyme d'augmentation de la température, figure 6.15.

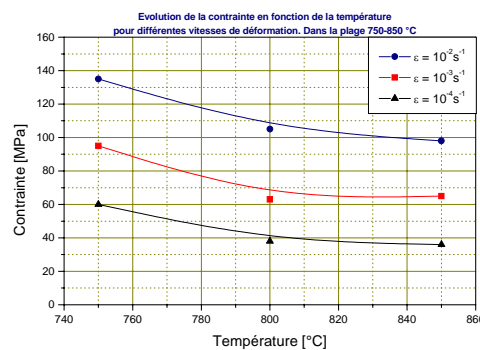


Figure 6.15 : Evolution de la contrainte en fonction de la température aux vitesses de déformation de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ ,  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ ,  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ .

### 6.3 Optimisation des résultats d'essai de traction à chaud

Suite aux résultats d'essais réalisés entre 750°C et 850°C dans la plage de vitesses de déformation s'étalant de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  à  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ , nous avons procédé à la réalisation d'une seconde série d'essais. Cette nouvelle série d'essais est effectuée dans le but d'affiner davantage l'étude autour des valeurs optimales de température et de vitesse de déformation trouvées ( $800^\circ\text{C}$ ,  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ ).

#### 6.3.1. Résultats d'essais réalisés à $10^{-3}\text{s}^{-1}$

En fixant la vitesse de déformation à  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ , nous avons réalisé plusieurs essais autour de la valeur optimale  $800^\circ\text{C}$ . Les résultats de ces essais sont ci-dessous présentés.

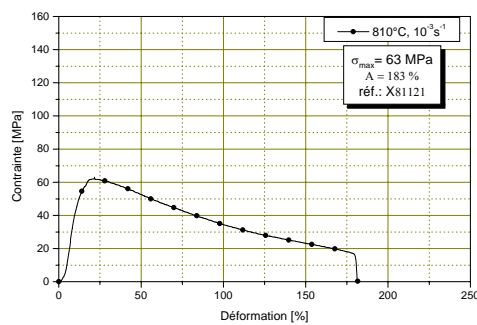


Figure 6.16 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 810^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

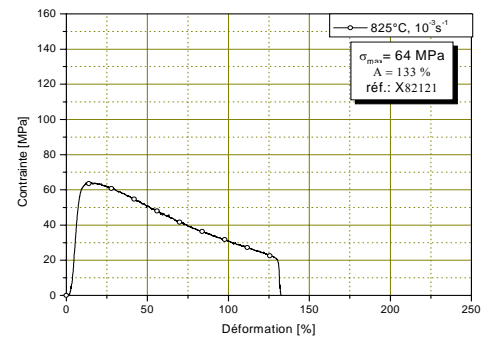


Figure 6.17 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 825^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

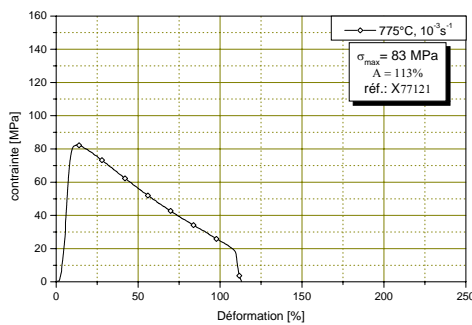


Figure 6.18 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 775^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

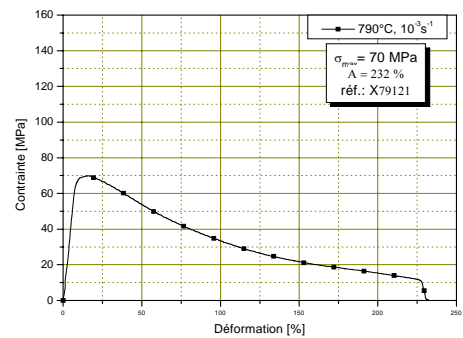


Figure 6.19 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^\circ\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

Les deux courbes suivantes sont les résultats d'essais réalisés également à la vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  mais à des températures supérieures à  $850^\circ\text{C}$ . Ceci pour compléter l'étude et avoir un aperçu sur le comportement du X60 jusqu'à la température de  $900^\circ\text{C}$ .



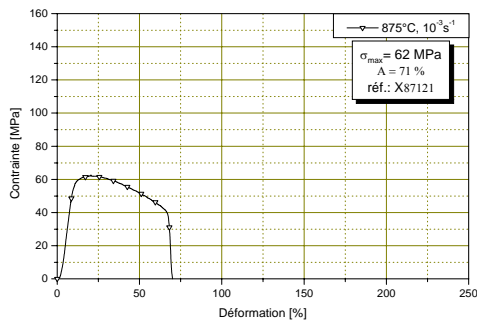


Figure 6.20 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 875^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

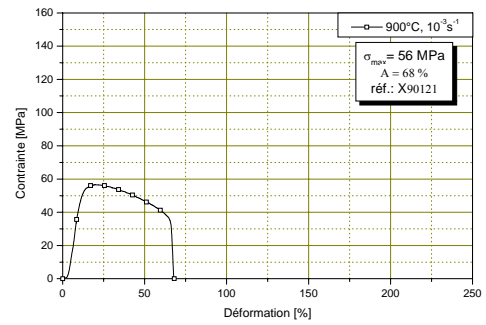


Figure 6.21 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 900^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

A la lumière des résultats d'essais effectués, nous pouvons déduire que la température optimale n'est pas exactement celle trouvée lors de la première campagne d'essais en l'occurrence  $800^{\circ}\text{C}$ . Elle est de  $790^{\circ}\text{C}$ .

### 6.3.2. Résultats d'essais réalisés à $790^{\circ}\text{C}$

A partir de ce point, nous avons encore affiné l'étude expérimentale par la réalisation d'une autre série d'essais à la température constante de  $790^{\circ}\text{C}$  mais à des vitesses de déformation évoluant autour de la valeur optimale trouvée jusqu'ici ( $10^{-3}\text{s}^{-1}$ ). Cette série d'essais a permis de définir la vitesse de déformation optimale de manière plus précise. Les résultats des essais réalisés sont présentés ci-dessous.

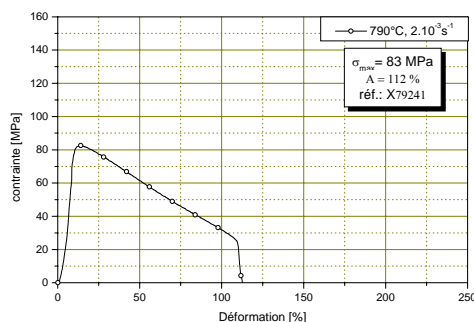


Figure 6.22 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 2.10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

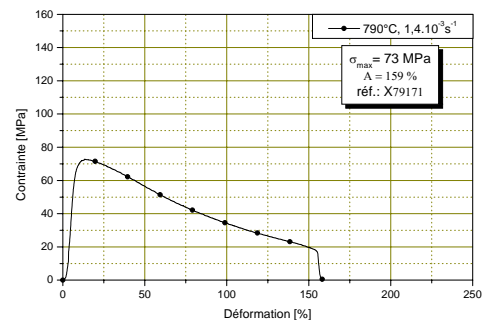


Figure 6.23 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 1.4.10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

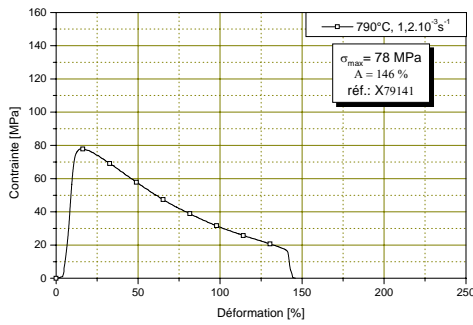


Figure 6.24 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 1,2 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

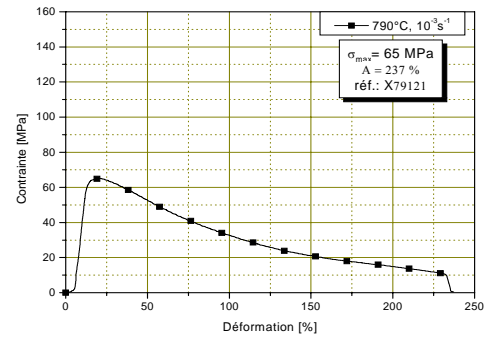


Figure 6.25 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

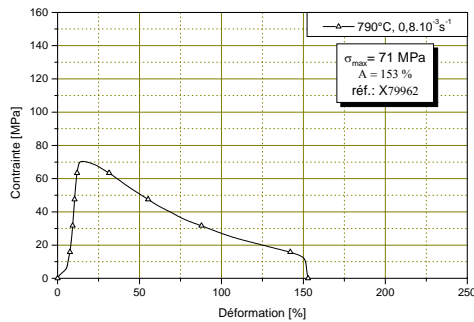


Figure 6.26 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 0,8 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

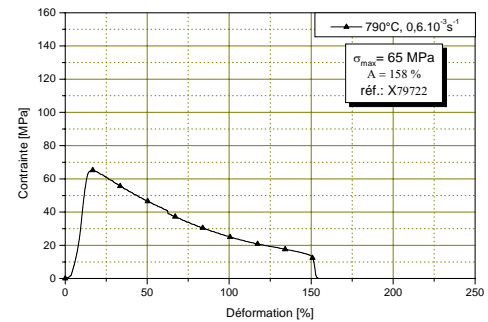


Figure 6.27 : Courbe de traction à chaud réalisée sur acier X60 à  $T = 790^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 0,6 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

Nous pouvons conclure, après cette série d'essais, que la vitesse de déformation optimale reste inchangée. En effet, l'élongation la plus importante est obtenue à  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ .

### 6.3.3. Evolution de la déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation

Après avoir affiné l'étude du comportement en traction à chaud par la réalisation d'un nombre important d'essais à différentes températures et à différentes vitesses de déformation, nous avons tracé la variation de l'élongation en fonction de la température et en fonction de la vitesse de déformation. Les figures 6.28 et 6.29 montrent respectivement la variation de l'élongation en fonction de la température à la vitesse optimale de  $10^{-3} \text{s}^{-1}$  et sa variation en fonction de la vitesse de déformation à la température optimale de  $790^{\circ}\text{C}$ . Ces deux graphes nous permettent de voir, de manière plus explicite, l'évolution de l'élongation en fonction de ces deux paramètres et de constater qu'il existe un seul couple,

dans la plage de température et de vitesse de déformation investie, pour lequel le matériau exhibe un comportement pratiquement superplastique.

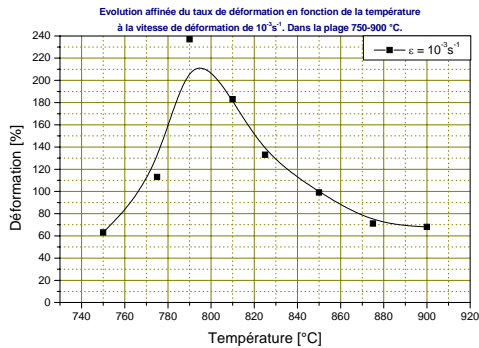


Figure 6.28 : Evolution du taux de déformation en fonction de la température à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

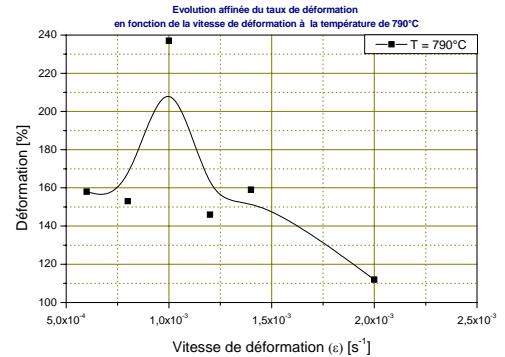


Figure 6.29 : Evolution du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation à la température de 790 °C.

#### 6.3.4. Représentation spatiale de l'évolution de la déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation

L'ensemble des résultats trouvés nous a permis de réaliser une représentation à trois dimensions de l'évolution du taux de déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation, figure 6.30.

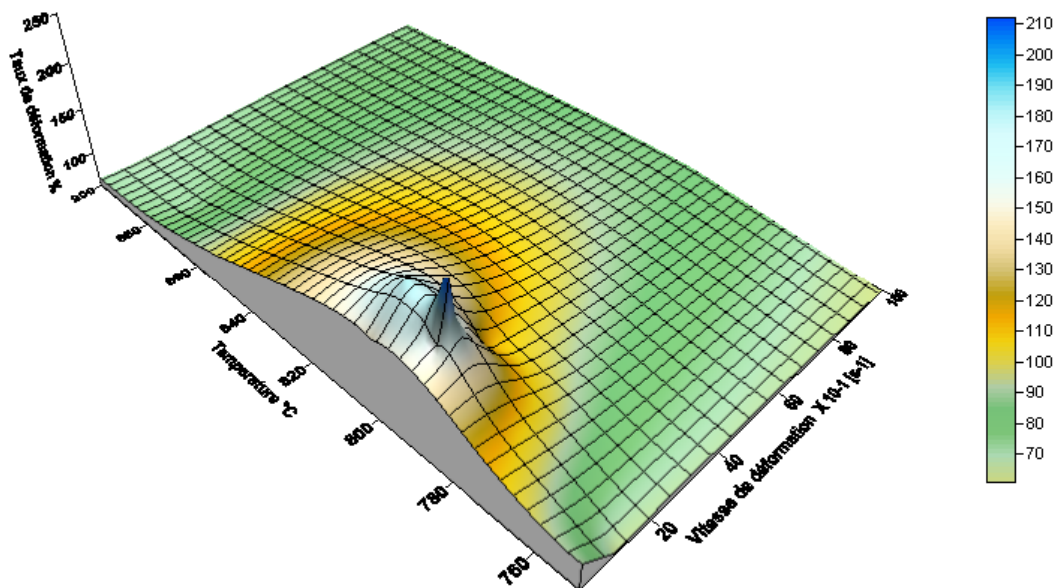


Figure 6.30 : Représentation spatiale de l'évolution du taux de déformation en fonction de la température et la vitesse de déformation.

## CHAPITRE 7

### DISCUSSION DES RESULTATS

#### 7.1. Nature des courbes contraintes-déformation

Les courbes contraintes-déformations, présentées dans la figure 7.1, montrent, dans tous les cas de figures, un écrouissage durant la partie initiale de la déformation suivi par un adoucissement qui prévaut jusqu'à la rupture. La déformation qui correspond au pic de contrainte, marquant la transition entre les phases de durcissement et d'adoucissement, reste sensiblement constante. Elle ne varie pas avec la variation de la vitesse de déformation. Par contre, on note une légère augmentation de cette déformation en fonction de l'augmentation de la température, figure 7.2.

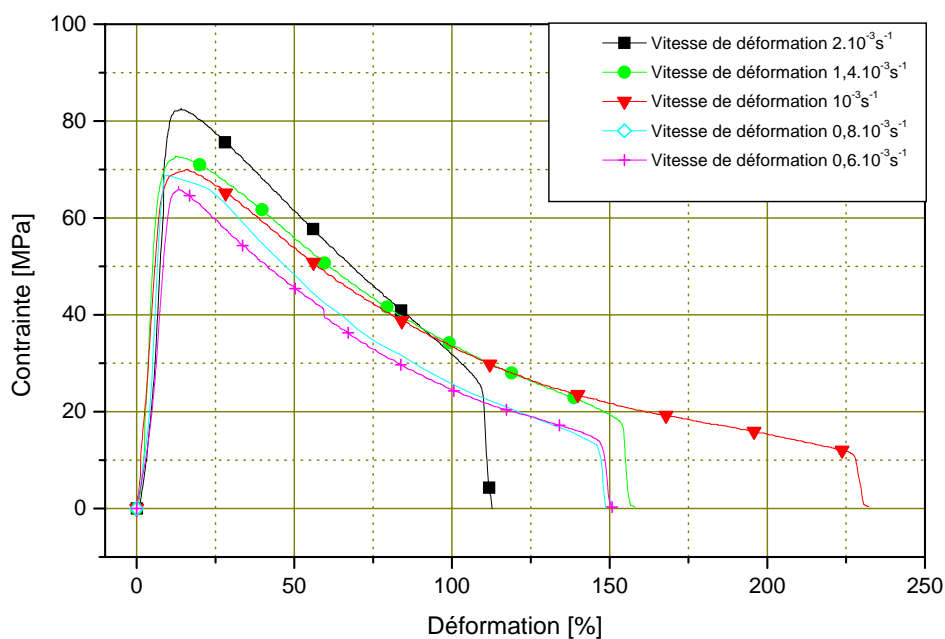


Figure 7.1 : Courbes contrainte – déformation obtenues de la sollicitation de l'acier X60 à la température de 790°C et à différentes vitesses de déformation.

Dans les matériaux conventionnels et durant la déformation à haute température, la phase de durcissement est attribuée au processus de recouvrement dynamique alors que la phase d'adoucissement est attribuée à la recristallisation dynamique.

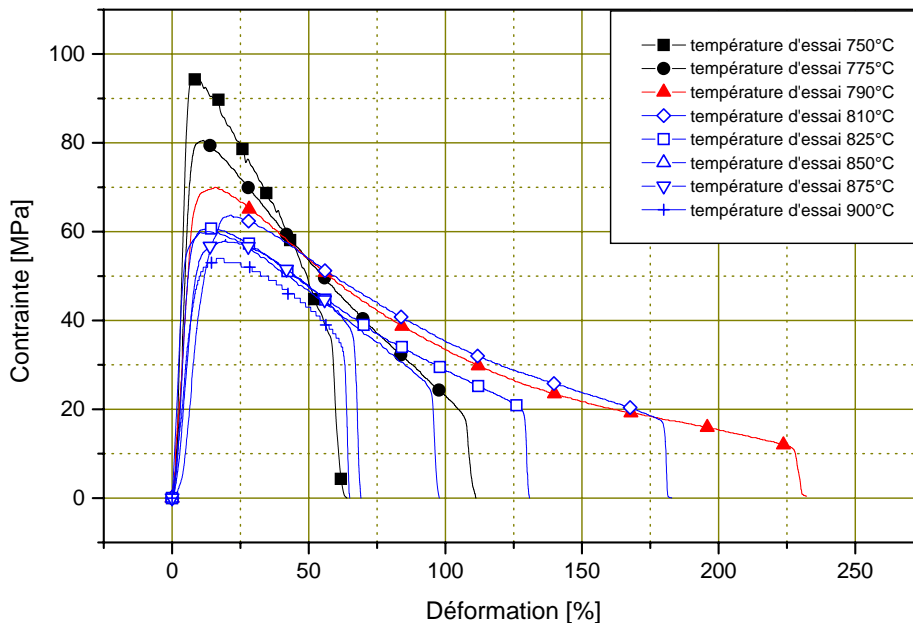


Figure 7.2 : Courbes contraintes – déformations obtenues de la sollicitation de l'acier X60 à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et à différentes températures.

Dans les matériaux aptes à donner de grandes déformations (superplastiques), le durcissement est attribué à l'augmentation de la taille de grain alors que l'adoucissement est attribué à la recristallisation dynamique ou la rupture des grains initiaux allongés et la formation de grains équiaxes. Certaines microstructures peuvent avoir des grains très allongés après un laminage. Une telle microstructure subit simultanément un grossissement de grains et une évolution vers des grains équiaxes. L'écoulement de la contrainte est donc le reflet de l'effet dominant entre les deux processus. A ce titre, KASHYAP et TANGRI [10] ont noté, dans leur évaluation quantitative de l'effet du grossissement de grain sur l'écoulement de la contrainte, que le grossissement de grains ne peut être pris en compte lors du durcissement qu'aux très faibles vitesses de déformation et hautes températures. Le durcissement aux vitesses de déformation relativement grandes et relativement faibles températures est à lui attribué à l'activité de dislocations [2].

Dans le cas du X60, la microstructure ne présente aucune texture avant déformation. De plus, nous n'avons pas noté un grossissement significatif du grain, bien au contraire une stabilité très remarquable de la taille du grain a été relevée. Au regard de cela, l'écoulement de durcissement observé ne peut être le résultat du grossissement de grains concomitant. Par contre, il peut être le résultat de l'activité de dislocations. En effet, nous relevons une augmentation, bien que peu sensible, de la vitesse de l'écroutissage aux grandes vitesses de déformation et aux faibles températures, figure 7.3.

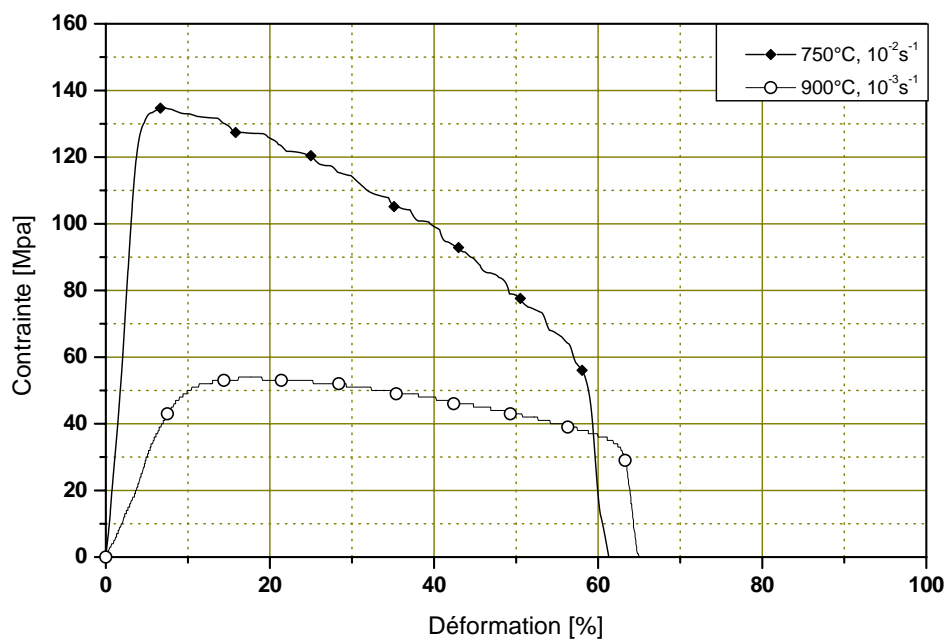


Figure 7.3 : Effet de l'augmentation de la température et la réduction de la vitesse de déformation sur la phase d'écroutissage de l'acier.

Les raisons de l'adoucissement observé ne sont pas évidentes avec les données actuelles. La microstructure peut avoir subi des transformations le long du test, depuis l'introduction de l'éprouvette à l'intérieur du four jusqu'à ce qu'elle atteigne la température d'essai et puis du début de la sollicitation mécanique à la rupture. D'apparence, tout ce parcours s'est soldé par une structure aussi fine que la structure initiale. Toutefois, en absence de données relatives à la taille de grain et son évolution avant et après le pic des courbes contraintes-déformations, il n'est pas possible d'attribuer l'adoucissement à la recristallisation dynamique. Les précipités présents dans la structure peuvent avoir joué un rôle déterminant dans la stabilité de la microstructure.

D'autre part, nous soulignons que dans le cas des matériaux sensibles à la vitesse de déformation, un écoulement adoucissant apparent peut également être soutenu par la réduction continue de la vitesse de déformation. Celle-ci est due à la progression de la déformation à la vitesse constante de la traverse au lieu d'une vitesse de déformation réelle constante [2].

## 7.2. Variation de la ductilité

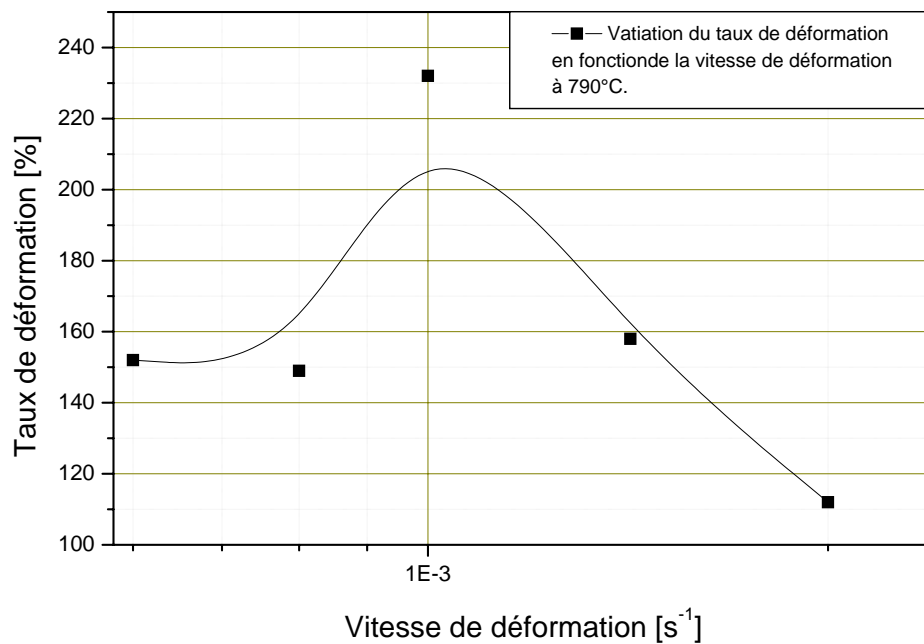


Figure 7.4 : Variation du taux de déformation en fonction de la vitesse de déformation à la température constante de 790°C.

La courbe présentant la ductilité en fonction de la vitesse de déformation initiale montre un maximum de ductilité sur une bande étroite autour d'une valeur intermédiaire de la vitesse de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ); au-dessus et au-dessous de laquelle une rapide diminution de la ductilité est observée, figure 7.4. Dans la littérature, une telle variation est attribuée à la variation analogue du facteur de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation ( $m$ ) en fonction de la vitesse de déformation [2]. Dans notre cas, comme on le précisera plus loin, la variation de la ductilité de l'acier X60 est similaire à celle du paramètre  $m$  en fonction de la vitesse de déformation à  $T=790^\circ\text{C}$ . On souligne ici que les grandes valeurs de  $m$  engendrent une plus grande résistance à la striction durant la déformation à chaud. Le maximum de ductilité est trouvé dans le domaine intermédiaire de vitesses de déformation.

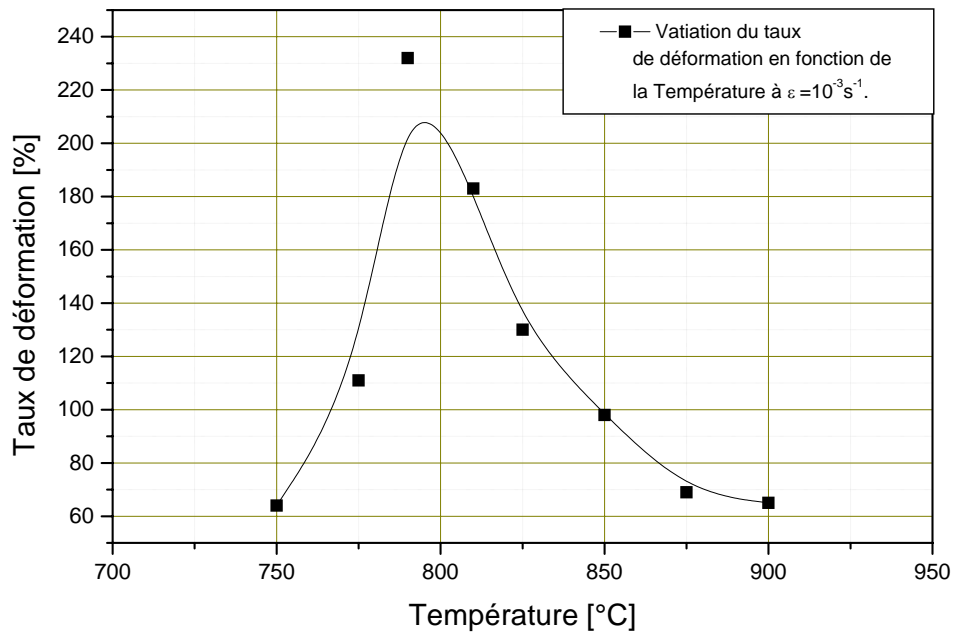


Figure 7.5 : Variation du taux de déformation en fonction de la température à la vitesse de déformation constante de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

La variation de ductilité en fonction de la température est similaire à sa variation en fonction de la vitesse de déformation, figure 7.5. En d'autres termes, tel qu'on trouve un maximum de ductilité à des valeurs intermédiaires de la vitesse de déformation on trouve également un maximum de ductilité à des valeurs intermédiaires de la température. On note que la valeur optimale de la température se situe à l'intérieur de la région biphasé de l'alliage. Une telle variation de ductilité en fonction de la température peut être expliquée par l'effet analogue de la température sur  $m$ , tel que rapporté par S.V. SHUKLA et AL [2].

Il faut noter qu'une structure équiaxe est présente dans la section utile de l'éprouvette même après un taux important de déformation, figure 7.9. Ceci nous guide à penser que le GBS est le processus de déformation dominant. Dans ce cas, pour avoir une ductilité importante, il est essentiel d'annihiler les concentrations de contraintes créées par le processus du GBS. Ceci peut être atteint avec une augmentation de la diffusivité comme résultat d'augmentation de la température. Ainsi donc peut être expliquée la première partie de la courbe où la ductilité augmente avec l'augmentation de la température. Dans la dernière partie de la même courbe, avec d'avantage de température, on relève une diminution de la ductilité. Celle-ci peut être imputée, dans les matériaux biphasés, à la variation des fractions volumiques des phases constituantes. En effet, le degré du GBS et le grossissement de grains dépendent directement de cette fraction volumique et ont un effet sur la ductilité. Avec l'augmentation de la



température, dans la région biphasée du X60, la proportion de la phase  $\gamma$  augmente au dépend de la phase  $\alpha$ . Si les différents types d'interfaces ( $\gamma$ - $\gamma$ ,  $\gamma$ - $\alpha$ ,  $\alpha$ - $\alpha$ ) dans l'alliage montrent une variation dans le GBS, alors la contribution du GBS dans l'élongation totale ne peut être maximale que pour des proportions optimales des deux phases [2]. A température intermédiaire, la proportion des deux phases peut être optimale pour le GBS et l'inhibition du grossissement de grains. Ce qui conduit à une ductilité maximale. Quand la température augmente au-delà de la température optimale, le déséquilibre des phases conduit à une situation moins favorable pour le GBS et l'inhibition du grossissement de grains. Il entraîne ainsi le système à une diminution de la ductilité.

La courbe sur la figure 7.5 retrace la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Il est clair de cette figure que le X60 présente une sensibilité uniforme à la vitesse de déformation quand il est testé à une température de 790°C et pour toute la gamme de vitesses de déformation. On relève, toutefois, une variation de la pente au environ des valeurs intermédiaires de la vitesse de déformation.

#### 7.2.1. Effet de la vitesse de déformation

Sur la base des résultats obtenus, l'effet de la vitesse de déformation sur le changement de la microstructure, durant la déformation, peut être résumé comme suit: quand la vitesse de déformation est inférieure à la vitesse optimale, la recristallisation dynamique n'opère pas. L'énergie emmagasinée est réduite par recouvrement. A une vitesse de déformation supérieure à la vitesse optimale, le changement de la microstructure, telle que la recristallisation, est difficile à se produire ; l'éprouvette exhibe un écrouissage généralisé conduisant à une faible élongation. A la vitesse de déformation optimale, un écrouissage local et la recristallisation induite de la matrice ductile se produisent quand la seconde phase dure (les particules de la seconde phase dure) est dispersée de manière homogène [7].

A haute vitesse de déformation, il apparaît, après la phase d'écrouissage initiale, que la contrainte d'écoulement commence à chuter graduellement avec la déformation. A plus faibles vitesses et à l'approche de la vitesse optimale, la chute de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation semble beaucoup moins rapide. Le cas d'adoucissement est normalement observé quand le matériau exhibe une recristallisation dynamique [25]. Le recouvrement et la recristallisation, statiques ou dynamiques, sont des phénomènes associés à des processus thermomécaniques. Alors que le recouvrement implique l'annihilation de paires de dislocations, la recristallisation cause l'adoucissement par le remplacement de la structure

déformée par des grains recristallisés (exempts de toute déformation) [25]. Le recouvrement cause la formation de germes (nucléides) essentiels pour que la recristallisation ait lieu. Les sous structures produites sont très fines. A haute température ( $>0.6T_f$ ) et principalement dans les régions à forte densité de dislocations, tels que les jonctions triples, plusieurs métaux et alliages exhibent la recristallisation dynamique. La recristallisation dynamique est le mécanisme d'adoucissement prédominant dans le travail à chaud dans tous les métaux CFC sauf l'Aluminium [25].

### 7.2.2. Effet de la température

De même que pour l'effet de la vitesse de déformation sur la ductilité, le maximum de ductilité est obtenu à des températures intermédiaires tel que montré sur la figure 7.5. Le maximum de ductilité est égal à 232% et est obtenu à 790°C. La silhouette des éprouvettes révèle une striction aux faibles températures mais une déformation uniforme à haute température, figures 7.16 et 7.17.

### 7.3. Le facteur de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation (m ; mesure de la résistance à la striction localisée)

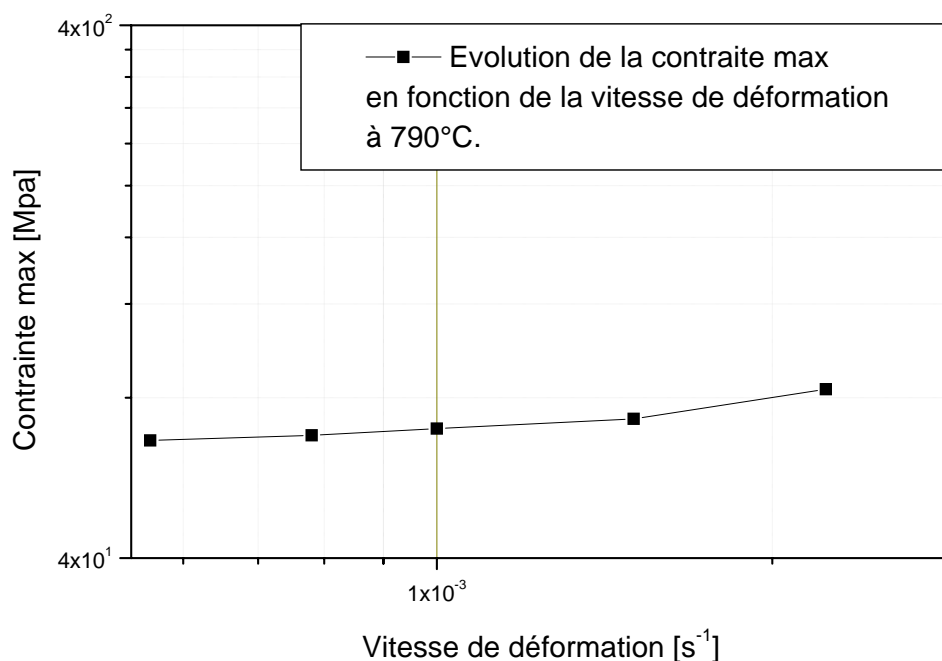


Figure 7.6 : Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation à 790°C.

Sur la base des résultats obtenus, nous avons pu établir, sur une échelle bilogarithmique, la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation, figure 7.6. Celle-ci nous a conduit à l'évaluation du paramètre  $m$ , figure 7.7.

Le paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $m$  est défini par :

$$m = d \ln \sigma / d \ln \dot{\epsilon} = \ln(\sigma_2/\sigma_1) / \ln(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)$$

Il représente à tout instant la pente de la courbe  $\sigma = f(\dot{\epsilon})$ . Il peut être estimé à partir de cette courbe par la combinaison de deux contraintes et deux vitesses de déformation à deux instants successifs  $t_1$  et  $t_2$ .

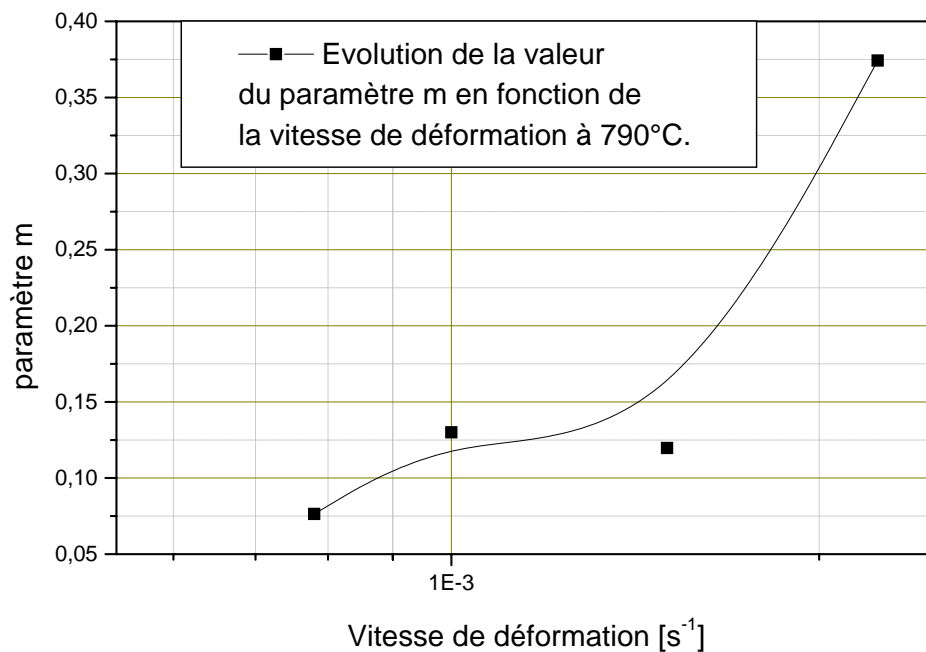


Figure 7.7 : Variation du facteur de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation en fonction de la vitesse de déformation à 790°C

La variation du paramètre  $m$  indique qu'au-delà de  $10^{-3} s^{-1}$  il augmente pour atteindre des valeurs supérieures à 0,30 ; celles-ci sont indicatrices d'une très bonne résistance à la striction. Toutefois, nous devons souligner ici que l'évaluation du paramètre  $m$  est faite sur la base de la contrainte et la déformation nominales. Une étude plus poussée, dans le but d'arriver à valeurs plus précises du paramètre  $m$ , doit transiter par l'évaluation des contraintes et déformations réelles.

En effet, lors d'un essai de traction, la vitesse de la traverse est maintenue constante durant la déformation ; de telle sorte qu'une fois l'éprouvette est mise sous tension la vitesse de déformation nominale ne peut être soutenue d'avantage.

La question a été mise en exergue par TADASHI HASEGAWA et KENJI OKAZAKI [8]. A travers leur étude, trois essais de traction à chaud (748 K) sur un alliage d'Aluminium ont été réalisés à trois vitesses de déformation nominales. Les vitesses de déformation réelles, calculées à partir de deux déformations réelles  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  aux instants  $t_1$  et  $t_2$  le long de la courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  ( $\dot{\varepsilon} = \Delta\varepsilon/\Delta t = (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)/(t_2 - t_1)$ ), ont été rapportées aux vitesses de déformation nominales ( $\dot{\varepsilon}_n$ ). La déformation réelle est calculée sur la base de la variation dimensionnelle de la section d'essai observée en fonction du temps, puis la contrainte réelle est calculée en divisant la charge développée par l'aire de la section instantanée en fonction du temps.

Portés en fonction de la vitesse réelle, les rapports  $\dot{\varepsilon}_r / \dot{\varepsilon}_n$  rapports décroissent rapidement avec l'augmentation de la  $\varepsilon_r$  aux stades finaux de l'élongation, figure 7.8.

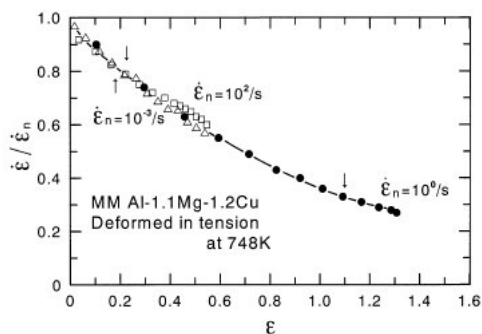


Figure 7.8 : Variation du rapport vitesse de déformation réelle / vitesse de déformation nominale en fonction de la déformation réelle pour un alliage d'Aluminium testé à 748 K à des vitesses de déformation nominales de  $10^{-3}$ ,  $10^0$ ,  $10^2$   $s^{-1}$ .

De ce fait, si la dépendance de la contrainte de la vitesse de déformation (la sensibilité à la vitesse de déformation  $m$ ) est obtenue en portant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation nominale  $\dot{\varepsilon}_n$ , la valeur  $m$  obtenue peut être erronée.

#### 7.4 Evolution microstructurale

La figure 6.3 est une micrographie optique du X60 à l'état reçu. L'aspect le plus important de la micrographie est la sous-structure aux jonctions triples. La sous-structure est probablement le résultat de la recristallisation dynamique qui a eu lieu lors de la mise en forme du matériau. La grande densité de dislocations à la jonction triple déclenche le processus de raffinement du grain dans la région.

La figure 7.9 est une micrographie optique du X60 testé à 790°C. Des observations similaires sont faites sur la microstructure.

Les adoucissements observés dans les essais réalisés, figure 7.2, sont probablement dus au remplacement des grains déformés par des grains recristallisés. La recristallisation opère principalement au niveau des jonctions triples.

Il a été souvent rapporté que les sous grains présentant des joints à faibles angles, dans les aciers à deux phases ( $\alpha+\gamma$ ) et les alliages commerciaux d'Aluminium, sont convertis en des grains présentant des joints à angles forts quand ils sont déformés à haute température après un laminage à froid ou à chaud. La « misorientation » moyenne des joints des sous grains de la matrice augmente rapidement avec la déformation dans ces premières phases ; engendrant de fortes aptitudes à la déformation. Le processus de l'augmentation continue de la « misorientation » des joints de grains est différent de la recristallisation conventionnelle, qui procède par germination et coalescence de nouveaux grains entourés de joints à hauts angles. La microstructure résultante est néanmoins similaire à une structure recristallisée. Ce phénomène a considérablement attiré l'attention comme une approche alternative de production d'une structure à grains fins capable de produire une déformation superplastique [43].

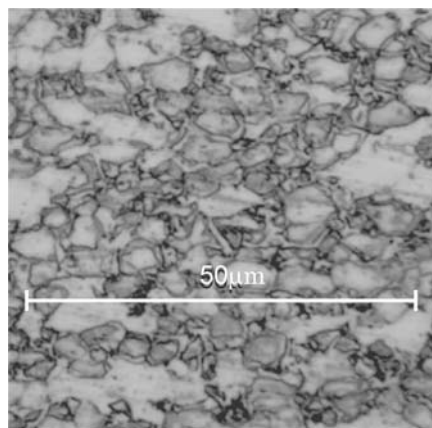


Figure 7.9 : Microstructure du X60 sollicité en traction à 790°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

A la lumière de la microstructure après teste, la « misorientation » moyenne des joints ne semble pas être améliorée de manière significative par rapport à celle des joints de grains avant déformation. De ce fait, le processus de recristallisation conventionnelle semble être plus qualifié pour expliquer la stabilité de la microstructure. Cette stabilité est également remarquée le long de la section utile de l'éprouvette.

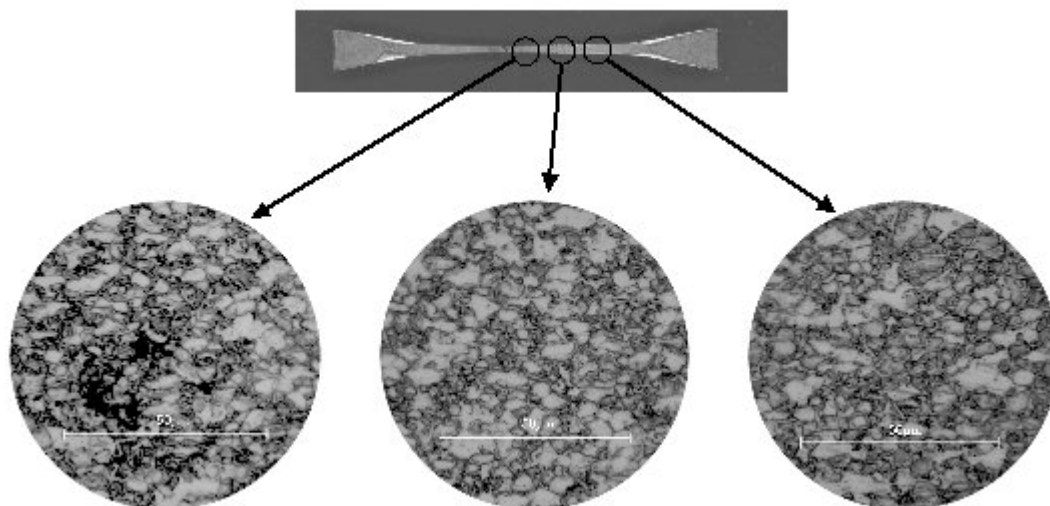


Figure 7.10 : Aspect de la microstructure du X60 sollicité en traction à 790°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  au niveau de différentes sections, allant de la zone de rupture à la zone de raccordement.

## 7.5 La fractographie

Les surfaces de ruptures des échantillons testés ont été soumises à l'observation à l'aide de un microscope électronique à balayage (MEB). De la figure 7.11 à la figure 7.21, nous pouvons voir les différentes fractographies des échantillons testés dans différentes conditions de température et de vitesse de déformation.

### 7.5.1. A la température ambiante

Les observations faites sur les échantillons testés à la température ambiante révèlent le

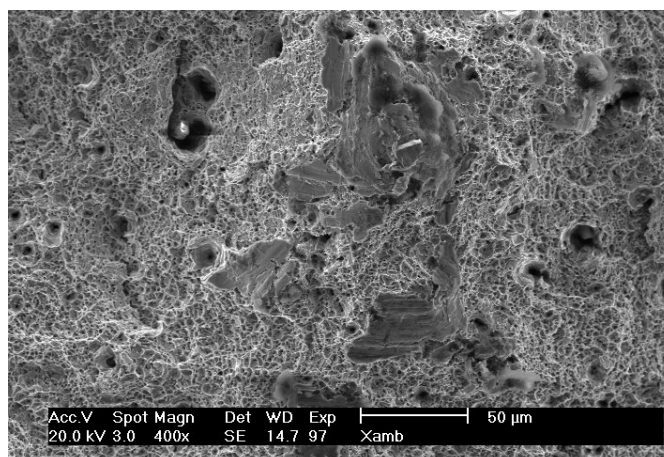


Figure 7.11 : Fractographie du X60 testé en traction à température ambiante X400.

caractère casi-ductile de la rupture, figure 7.11. La surface est parsemée de cavités de diamètres variables. A l'intérieur des cavités les plus importantes nous pouvons clairement distinguer des particules parallélépipédiques d'une taille moyenne d'environ 10  $\mu\text{m}$ . L'analyse ponctuelle de ces particules nous renseigne sur leur composition chimique qui est à base de Titane, figures 7.12 et 7.13. D'autres particules, d'une taille relativement moins importante que celle des particules à base de Titane et d'une forme plus arrondie, peuvent également être observées sur la surface de rupture, figure 7.14. Celles-ci sont à base d'Aluminium, figure 7.15.

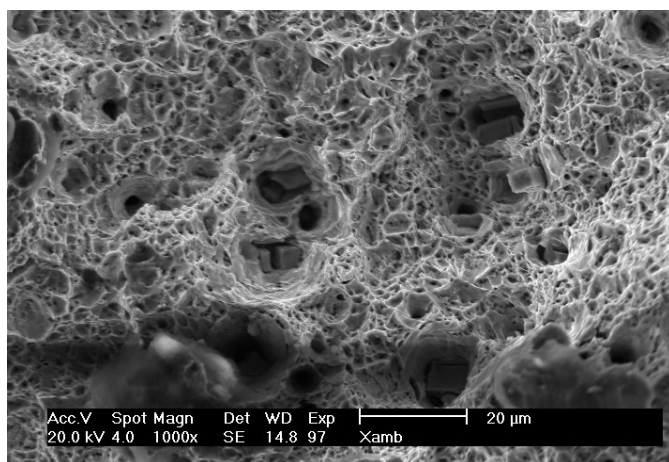


Figure 7.12 : Particules de Titane logées à l'intérieur des cavités.

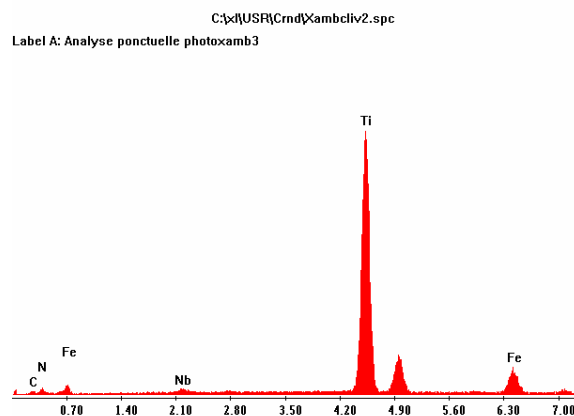


Figure 7.13 : Spectre d'analyse ponctuelle des particules à base de Titane.

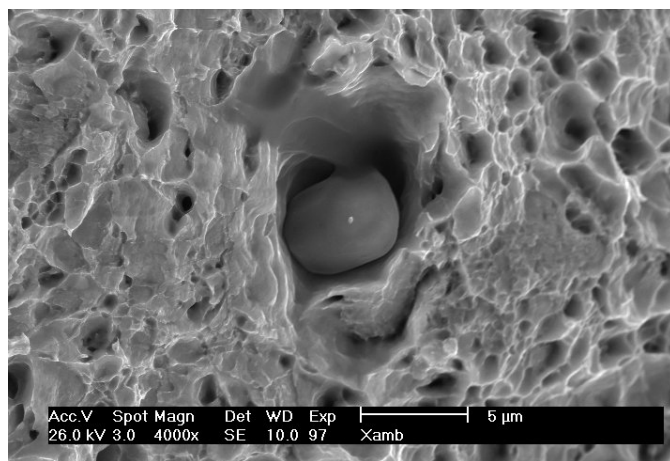


Figure 7.14 : particules d'Aluminium logées à l'intérieur des cavités.

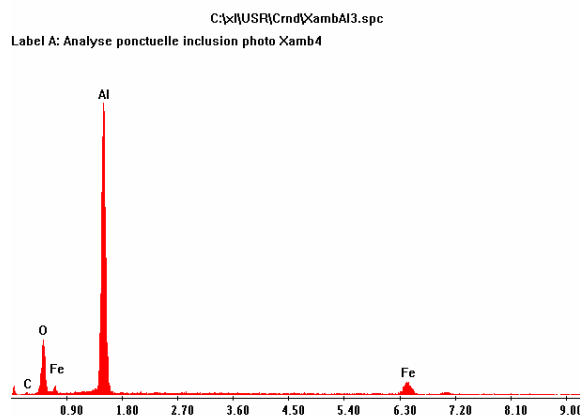


Figure 7.15 : Spectre d'analyse ponctuelle de la particule à base d'Aluminium.

Au vu de la dureté relative des particules par rapport au métal de base, leur accumulation au niveau d'une section donnée du matériau peut favoriser l'apparition de la striction ; qui conduit à la rupture prématurée. Toutefois, tel qu'il apparaît sur la figure 7.11, la densité de

ces particules ne semble pas être très importante. Cela n'exclue pas leur contribution dans l'influence de la striction, largement observée, figure 7.18.

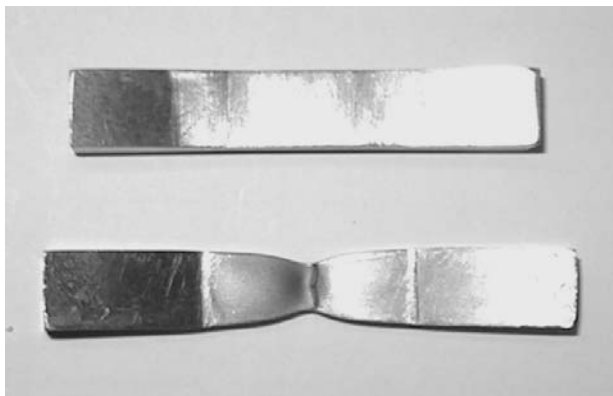


Figure 7.16 : Phénomène de striction, éprouvette testée à température ambiante

### 7.5.2. A haute température

A haute température, nous relevons le caractère ductile et transgranulaire de la rupture. Nous relevons également la disparition des cavités et des particules observées à température ambiante. Que cela soit à la température optimale (790°C) ou aux autres températures environnantes, le type de rupture reste pratiquement identique.

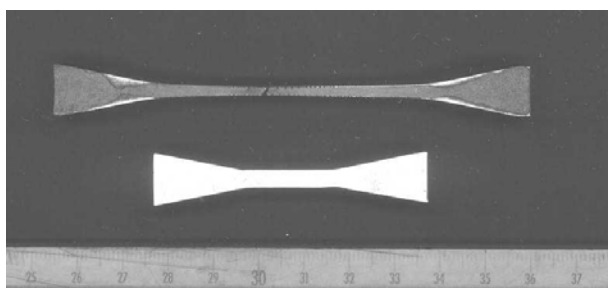


Figure 7.17 : Eprouvette avant et après déformation ( $T = 790^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )



Température 775°C et vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

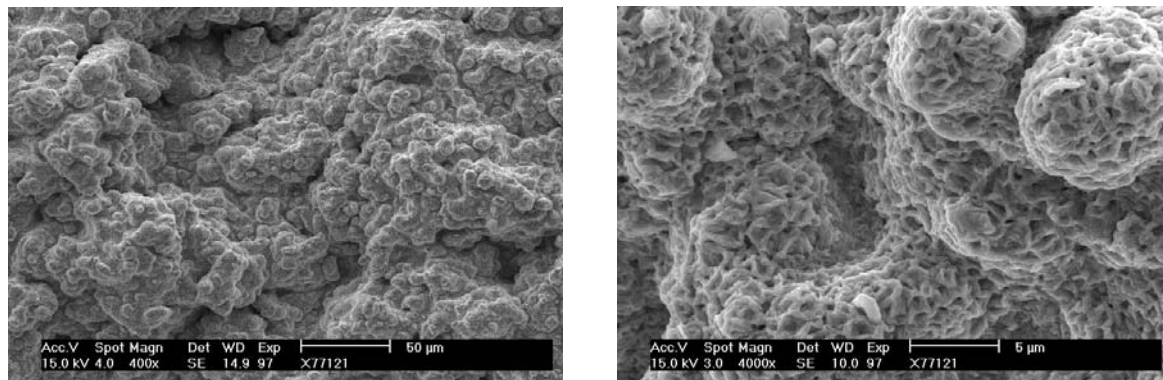


Figure 7.18 : Fractographies du X60 testé à 775 °C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.

Température 790°C et vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

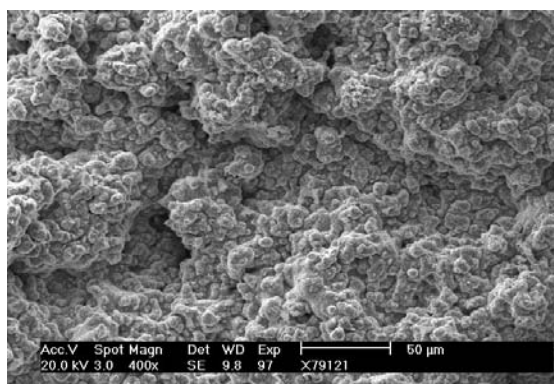


Figure 7.19 : Fractographie du X60 testé à 790 °C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400.

La figure 7.20 montre la couche d'oxyde ; formée sur la surface externe de l'échantillon. Le type de rupture au niveau de cette couche semble être fragile comme le montre la figure 7.20b. A faible vitesse de déformation et haute température, l'oxydation peut même atteindre les parties internes de l'éprouvette. Des testes réalisés sous atmosphère inerte exclue l'influence de l'oxygène.

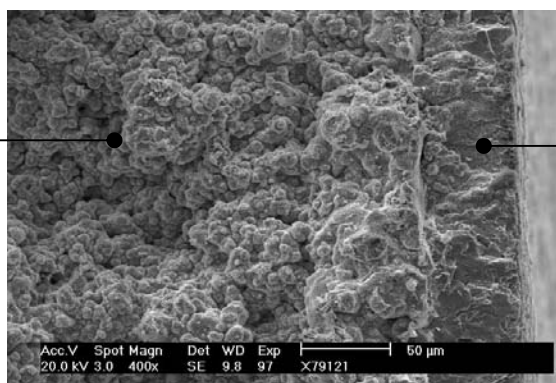


Figure 7.20 : Fractographies du X60 testé à 790 °C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , apparition de la couche oxydée, X400.

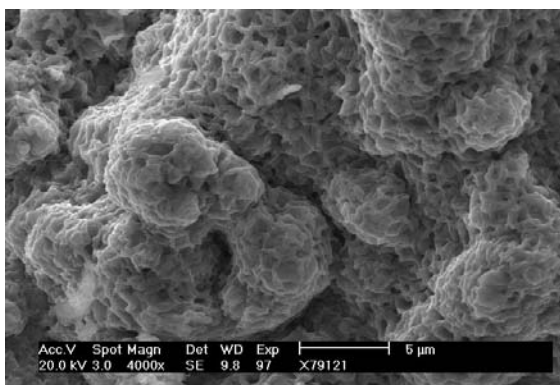


Figure 7.20a : Intérieur du faciès de rupture, X4000

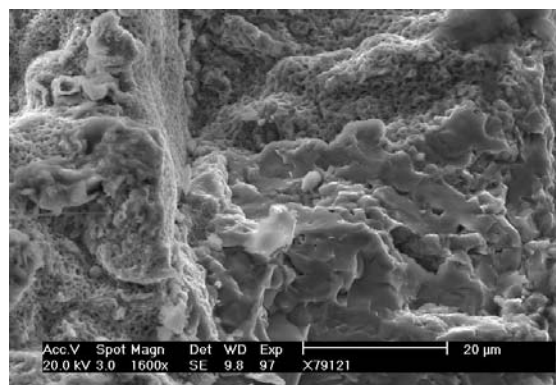


Figure 7.20b : La couche d'oxyde, X1600

Température 790°C et vitesse de déformation  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

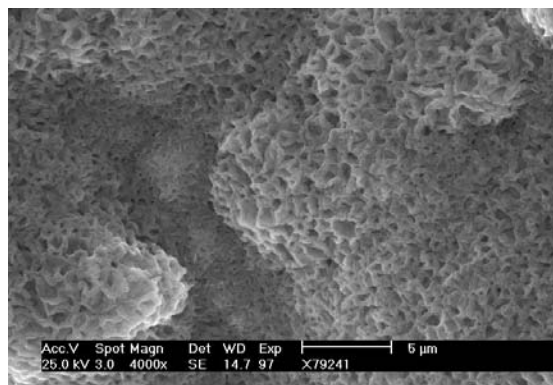


Figure 7.21 : fractographies du X60 testé à 790 °C et  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.

Température 790°C et vitesse de déformation  $6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$

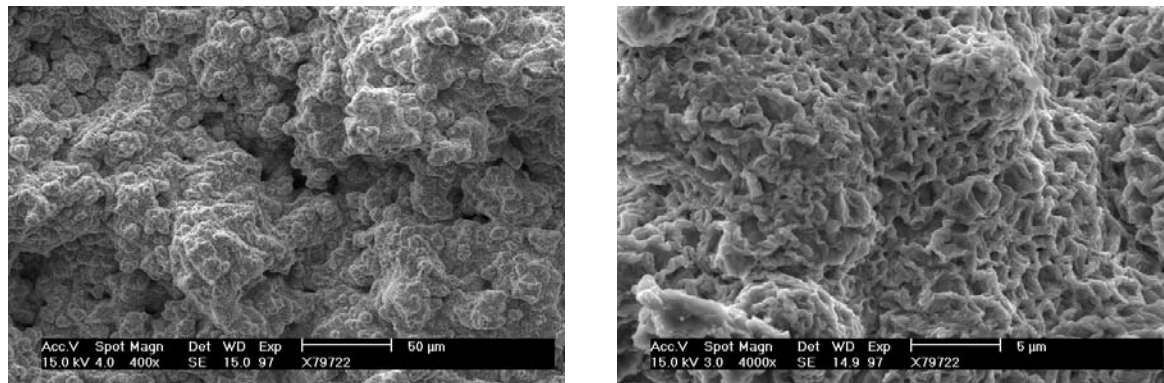


Figure 7.22 : fractographies du X60 testé à 790 °C et  $6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , X400, X4000.

Température 800°C et vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

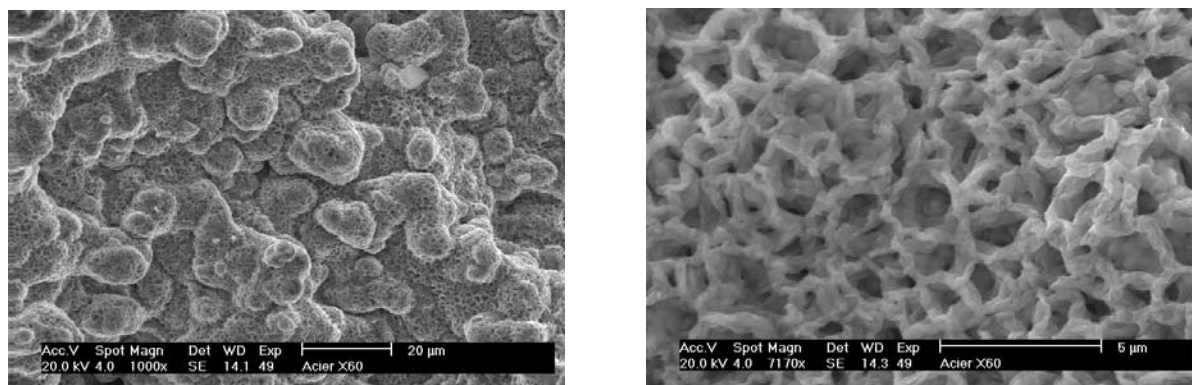


Figure 7.23 : Fractographies du X60 testé à 800 °C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X1000, X7170.

Température 900°C et vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

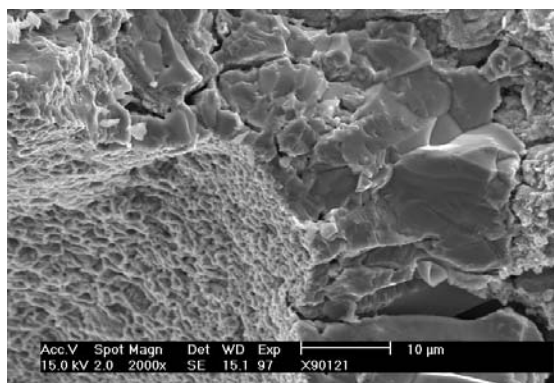


Figure 7.24 : Fractographie du X60 testé à 900 °C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , X2000.

La fractographie du X60 testé à 900°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  dévoile la présence de zones de rupture fragile, figure 7.24. L'effet de l'oxydation semble avoir eu un effet palpable à une température aussi importante. En effet, tel que nous l'avons souligné auparavant, en absence d'une atmosphère inerte et sous l'effet de l'air, la température joue un rôle important sur l'oxydation de l'acier. L'effet oxydant augmente d'une manière importante avec l'augmentation de la température. A 900°C, il semble qu'on retrouve, dans certaines parties du faciès, le même aspect de rupture observé au niveau de la couche d'oxyde de la figure 7.26.

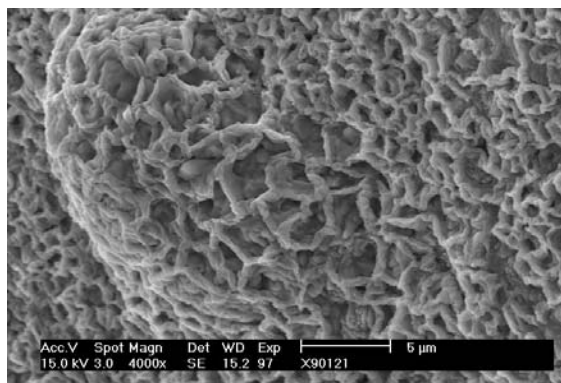


Figure 7.25 : Zone de rupture ductile, X4000.

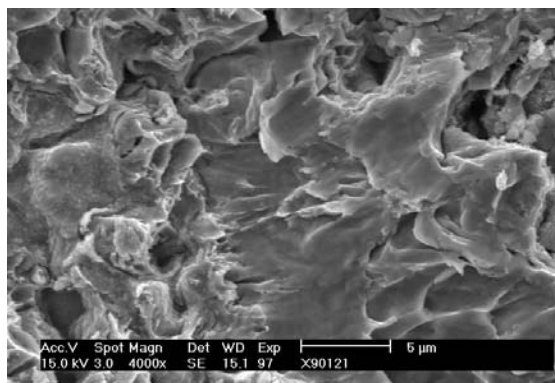


Figure 7.26 : Zone de rupture fragile, X4000.

## CHAPITRE 8

### EXPERIENCE (MATERIAU TRAITE)

#### 8.1 Matériau

Le matériau qui fait l'objet de la seconde partie de l'étude est le même acier utilisé dans la première partie. Le traitement thermomécanique que nous avons fait subir à cet acier est un forgeage à chaud. Il est opéré sur des plaques de 100 X 50 X 10.31 prélevées directement de la tôle reçue. Il a été introduit dans le but d'agir sur la structure interne du matériau étudié.

#### 8.2 Protocole expérimental

Dans cette deuxième partie du travail, nous adoptons les résultats trouvés dans la première partie ( $T^\circ, \dot{\epsilon}$ ). Les valeurs optimales de la température et de la vitesse de déformation, en l'occurrence  $790^\circ\text{C}$  et  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ , sont utilisées pour l'ensemble des essais réalisés.

##### 8.2.1. Traitement thermomécanique :

Le traitement thermomécanique appliqué au le matériau consiste en un forgeage à chaud tel que schématisé sur la figure 8.1.

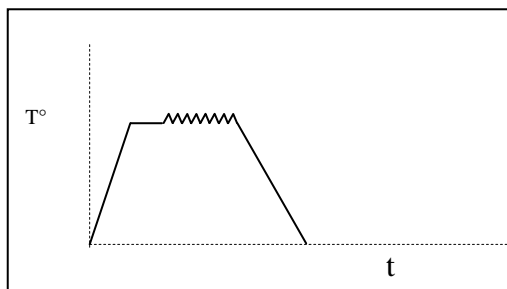


Figure 8.1 : Schéma du traitement thermomécanique.

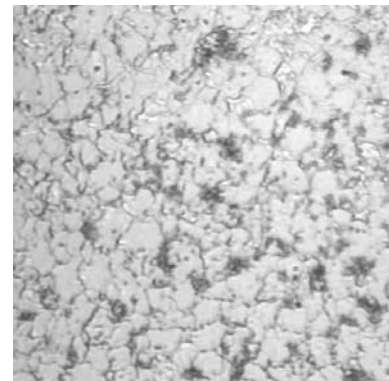


Figure 8.2 : Microstructure de l'acier X60 après traitement.

#### 8.3. Géométrie des éprouvettes :

Après forgeage, l'épaisseur de la tôle est significativement réduite. De ce fait, les éprouvettes qui y sont réalisées sont plates et ne possèdent pas la même forme que celle utilisée dans la première partie. Nous leur avons conféré une forme largement utilisée dans les essais de matériau à haute température. Elles ont une longueur utile de 15mm et une

section rectangulaire de  $4 \times 2 \text{ mm}^2$ . Les figures 8.3 et 8.4 donnent un aperçu sur cette géométrie.

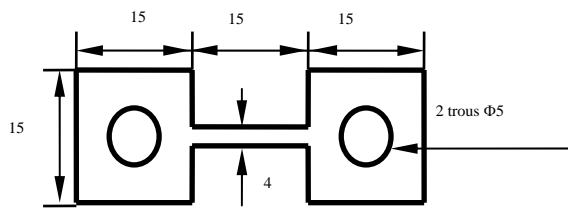


Figure 8.3 : Schéma coté de l'éprouvette (Matériau forgée).



Figure 8.4: Photo de l'éprouvette (Matériau forgée).

#### 8.4. Dispositif expérimental :

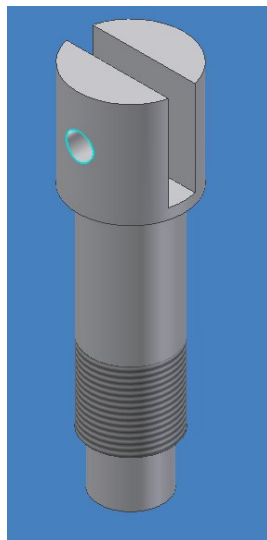


Figure 8.5 : Pièce d'amarrage des éprouvettes forgées.

Les essais de traction à chaud, sur les éprouvettes issues du matériau thermomécaniquement traité, sont réalisés sur la même installation. Tous les contrôles sont réalisés de manière similaire. La seule différence se situe au niveau du système d'amarrage. Ce dernier est beaucoup plus simple dans le cas des éprouvettes forgées. Il se compose de deux pièces filetées, identiques ; qui peuvent être directement montées sur les deux parties assistantes de la machine. La figure 8.5 donne un aperçu sur cette partie du système.

Lors du montage, l'éprouvette est interposée entre les deux pièces. Elle leur est fixée à l'aide de deux axes horizontaux.

## CHAPITRE 9

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

#### 9.1 Résultats

Testé dans les conditions spécifiées, le matériau exhibe le comportement traduit par la courbe charge-déformation, présentée sur la figure qui suit.

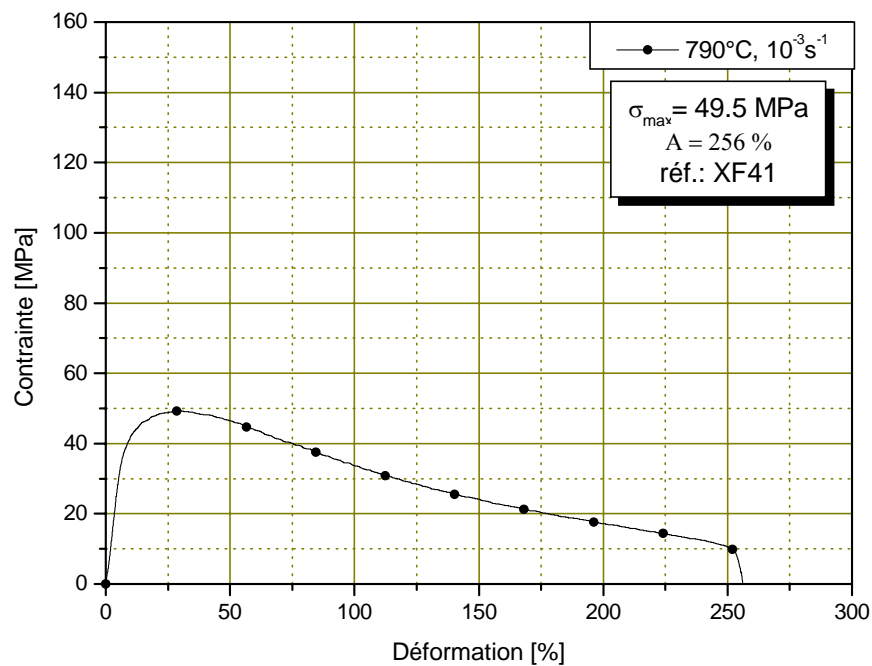


Figure 9.1 : Courbe de traction à chaud de l'acier X60 forgé,  $T = 750^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

#### 9.2 Nature de la courbe contrainte-déformation

La courbe contrainte-déformation, présentée dans la figure 9.1, ne fait pas apparaître de différences capitales avec celles obtenues dans le cas du matériau à l'état reçu. Nous distinguons de la même manière, sur cette courbe, l'écroutissement durant la partie initiale de la déformation suivi d'un adoucissement.

Nous rappelons que la courbe ainsi obtenue est issue d'un essai réalisé à la température  $790^{\circ}\text{C}$  et à la vitesse de déformation de  $10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Ces deux paramètres constituent le fruit de l'optimisation réalisée sur le matériau à l'état livré.

Les deux courbes obtenues dans les mêmes conditions de température et de vitesse de déformation, avant et après traitement thermomécanique, sont présentées superposées dans la figure 9.2.

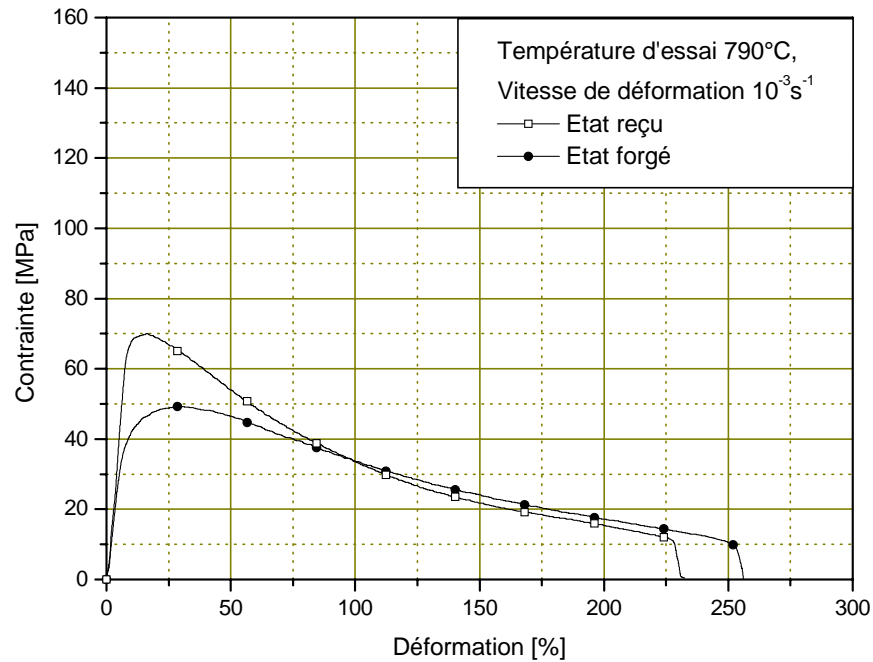


Figure 9.2 : Superposition des courbes de traction à chaud de l'acier X60 à l'état reçu et à l'état forgé,  $T = 750^{\circ}\text{C}$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ .

Une amélioration dans l'élongation d'environ 10% est obtenue après le traitement thermomécanique opéré sur l'acier. Nous pensons que celle-ci est due à l'amélioration de la répartition des précipités et à l'augmentation des sites de germination d'une sous structure plus fine.

Pratiquement, l'ensemble des observations faites pour les résultats obtenus des tests sur le matériau à l'état reçu, en matière d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation (l'écoulement durcissant et l'adoucissement observés) reste valable.



### 9.3 L'effet du forgeage sur le comportement du X60

Si on doit retenir une chose de l'introduction du forgeage, comme traitement thermomécanique sur l'acier X60, c'est l'amélioration de la déformabilité de l'acier. Avec une charge inférieure, nous avons obtenu une augmentation de 10% dans le taux de déformation. Le forgeage a amélioré le comportement du X60 par l'amélioration de la structure interne de l'acier (le raffinement de la taille de grain, une meilleure répartition des précipités...)

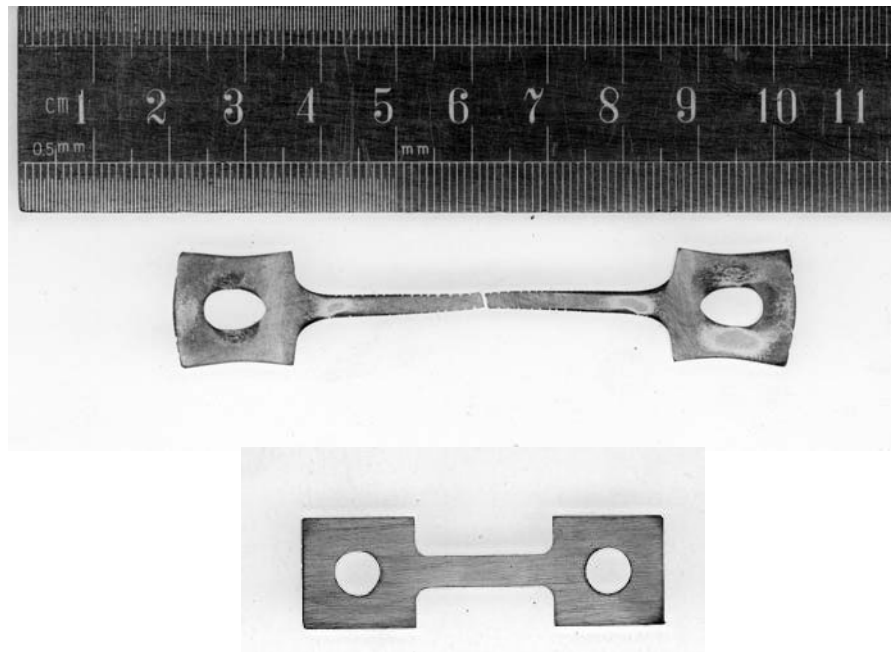


Figure 9.3 : Eprouvette (matériau forgé) avant et après déformation ( $T = 790^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )

## CONCLUSION

Testé à son état reçu le X60 exhibe déjà, sous des conditions bien définies de température et de vitesse de déformation, un comportement en déformation satisfaisant ; comparé aux besoins industriels réels. Le taux de déformation de 232% obtenu est loin des grandes déformations superplastiques de plusieurs milliers de pourcent mais il reste comparable à celui produit par la plupart des alliages qui exhibent en général des élongations optimales variants entre 300% et 1000%. Des élongations qui sont plus que suffisantes pour la réalisation des formes les plus complexes. Celles-ci ne demandent que 200% à 300% [1].

Avec l'introduction du forgeage nous avons pu améliorer de manière peu sensible le résultat obtenu. Le taux de déformation est porté de 232% à 257%. L'introduction du forgeage peu avoir agi sur la microstructure de l'acier par l'affinement des grains, l'augmentation des sites de germination de sous grains et l'amélioration de la distribution des précipités dans la matrice. Le traitement peut encore être amélioré pour mettre le matériau dans les conditions idéales de taille et forme de grain d'une part et de répartition de la seconde phase d'une autre part.

Nous soulignons que le traitement thermomécanique, opéré sur le matériau, a fait déplacer les conditions de sollicitation mécanique vers des valeurs plus économiques. En effet, la charge est passée de 70 Mpa à l'état reçu à 49.5 Mpa après traitement. D'autres conditions peuvent également déplacer les conditions de température et de vitesse de déformation vers des valeurs plus économiques.

Nous retenons de la sollicitation du X60 à l'état reçu : la disparition à haute température des cavités créées autour des particules solides à la température ambiante et qui s'associent au phénomène de striction conduisant à la rupture prématurée.

Aux conditions d'essai optimales, la déformation est pratiquement uniforme le long de la longueur utile de l'éprouvette et la rupture a lieu sans striction locale apparente. Si la silhouette des éprouvettes exhibe une déformation raisonnablement uniforme, une striction diffuse aux grandes vitesses de déformation est relevée. Cette atténuation du phénomène de striction s'apparente à un comportement superplastique du métal.

On note que la représentation 3D, caractéristique du matériau dans les conditions et les limites d'essai spécifiées, peut encore être affinée par l'évaluation du comportement du X60 dans des régions intermédiaires de la nappe ( $T^\circ$ ,  $\dot{\epsilon}$ ).

Nous soulignons que le meilleur résultat est obtenu à la vitesse de déformation intermédiaire de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et à la température de  $790^\circ\text{C}$ . A cette température la structure du matériau est dans le domaine biphasé. La présence de deux phases conforte également la thèse du comportement superplastique. La proportion de phase a un effet important sur ce comportement.

La stabilité remarquable de la taille de grain observée, lors de la déformation à haute température, constitue un paramètre important dans l'amélioration du comportement en déformation de l'acier. Cette stabilité peut principalement être due au rôle que jouent respectivement le Ti et le Nb dans le contrôle du grossissement du grain ; ceci, au regard de la température de mise en solution relativement élevée de leurs nitrures et carbonitrures.

**APPENDICE A****LISTE DES SYMBOLES**

|                 |   |
|-----------------|---|
| A%              | Taux d'allongement maximal.                                   |
| Al              | Aluminium.  |
| B               | Bore.   |
| C               | Carbone.  |
| Cr              | Chrome.   |
| E               | Module de YOUNG.  |
| Ec              | Carbone équivalent.   |
| Kgf             | Kilogramme force.   |
| KN              | Kilo Newton.  |
| L <sub>0</sub>  | Longueur utile initiale de l'éprouvette.                      |
| L               | Longueur utile instantanée de l'éprouvette.                   |
| ΔL              | Allongement de la longueur utile de l'éprouvette.             |
| MeV             | Méga électron Volte, unité d'énergie électrique.              |
| Mn              | Manganèse.  |
| Mo              | Molybdène.  |
| MPa             | Méga Pascal, unité de pression.                               |
| MWe             | Mégawatt électrique, unité de puissance électrique.           |
| N               | Azote.  |
| Nb              | Niobium.  |
| O               | Température de transition.                                    |
| P               | Charge.   |
| P               | Phosphore.  |
| R               | Contrainte maximale.  |
| R <sub>e</sub>  | Limite élastique.   |
| R <sub>02</sub> | Valeur de la contrainte à 0.2% de déformation.                |
| S               | Soufre.   |
| S               | Section instantanée de la longueur utile de l'éprouvette.     |
| S <sub>0</sub>  | Section initiale de la longueur utile de l'éprouvette.        |
| ΔS              | variation de la section de la longueur utile de l'éprouvette. |

|                                |   |
|--------------------------------|---|
| Si :                           | Silicium.   |
| $\Delta t$ :                   | Intervalle de temps.  |
| T :                            | Température.  |
| $T_f$ :                        | Température de fusion.  |
| Ti :                           | Titane.   |
| U :                            | Vitesse d'immobilisation des dislocations.                                  |
| V :                            | Vanadium.   |
| Zn :                           | Zinc.   |
| Zr :                           | Zirconium.  |
| d :                            | Diamètre de grain.  |
| ln :                           | Logarithme népérien (fonction mathématique).                                |
| m :                            | facteur de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.        |
| n :                            | Neutron, particule élémentaire du noyau d'un atome.                         |
| s :                            | seconde, unité de mesure du temps.  |
| t :                            | temps.  |
| $\bar{L}$ :                    | Intercepte linéaire moyen.  |
| $\Omega$ :                     | Probabilité de remobilisation des dislocations immobiles.                   |
| $\alpha$ :                     | Particule d'hélium (He), page 18.   |
| $\alpha$ :                     | Phase dans laquelle le fer possède une structure cubique centrée.           |
| $\varepsilon$ :                | Déformation.  |
| $\Delta \varepsilon$ :         | Taux de déformation.  |
| $\dot{\varepsilon}$ :          | Vitesse de déformation.   |
| $\dot{\varepsilon}_n$ :        | Vitesse de déformation nominale.  |
| $\dot{\varepsilon}_{SP\max}$ : | Vitesse de déformation maximale pour l'écoulement SP.                       |
| $\dot{\varepsilon}_{gbs}$ :    | Vitesse de déformation lors du processus de glissement de joints de grains. |
| $\dot{\varepsilon}_{slip}$ :   | Vitesse de déformation lors du processus de fluage.                         |
| $\gamma$ :                     | phase dans laquelle le fer possède une structure cubique à faces centrées.  |
| $\lambda$ :                    | Espacement inter particules.  |
| $\mu\text{m}$ :                | Micromètre.   |
| $\sigma$ :                     | Contrainte.   |
| $\sigma_r$ :                   | contrainte réelle.  |
| $\sigma_n$ :                   | contrainte nominale.  |

## REFERENCES

1. Chokshi Alul H., "On the Emergence of new surface grains during superplastic deformation", *Scripta materialia*, vol. 44, (2001), 2611-2615.
2. Taketo Sakuma, "Superplasticity in alloys", *Current Opinion in Solid state & Materials Science*, vol. 2, (1997), 296-299.
3. Oleg D. Sherby and Jeffrey Wadsworth, "Superplasticity-recent Advances and Future Directions", *Progress in Materials Science*, Vol. 33, (1989), 169-221.
4. Hiroaki Ohsawa, "Something ambiguous with superplasticity: a foreword to the Special Issue on Superplasticity and Superplastic Technology in Japan", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 68, (1997), 193-195.
5. S.V. Shukla, C. Chandrashekharayya, R.N. Singh, R. Fotedar, R. Kishore, T.K. Sinha, B.P. Kashyap, "Effect of strain rate and test temperature on superplasticity of a Zr-2.5 wt% Nb alloy", *Journal of Nuclear Materials* vol. 273, (1999), 130-138.
6. Tai Ping Lou, Kee-Do Woo, "Influences of grain size on fracture of superplasticity, *Materials Letters* vol. 52, (february 2002), 374-377.
7. Y. Maehara and Y. Ohmori, "Microstructural Change during Superplastic Deformation of  $\delta$ -Ferrite/Austenite Duplexe Stainless Steel", *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18A, (April 1987), 663-672.
8. Tadashi Hasegawa, Kenji Okazaki, "Analysis of strain rate dependance of tensile elongation for a mechanical milling Al-1.1Mg-1.2Cu alloy tested at 748 K from a dislocation dynamics viewpoint", *Materials Science and Engineering* vol. A260, (1999), 294-300.
9. T. Hasegawa, T. Takahashi and K. Okazaki, "Deformation parameters governing tensile elongation for a mechanically milled Al-1.1 at.%Mg-1.2 at.%Cu alloy tested in tension at constant true strain rates", *Acta Materialia* vol. 48, "2000", 1789-1796.

10. Z. QIAN and A.R. AKISANYA, "An experimental investigation of failure initiation in bonded joints", *Acta Materialia* Vol. 46, no. 14, ( 1998), 4895-4904.
11. Liu Zhihua, Li Keqin and Jiao Haojun, "Welding technology margin and its application in welding quality assurance", *Welding in the world / Le soudage dans le monde*, Vol.35, no.6, (1995), 369-374.
12. J. Becka, J Sik, J. Ellinger, J. Bartak, "Temperature and strain conditions in performing a circumferential electroslag weld", SKODA WORKS, Nuclear Power Construction Department, Information Center, PLZEN-CZECHOSLOVAKIA, (1970).
13. R.W.A. Grocock, "Tungsten inclusions in weld made by the Argon-arc process on 18/8/1 stainless steel", United Kingdom Atomic Energy Authority, (1959).
14. Shohei Kawano, Rie Sumiya, Koji Fukuya, "Simulation of helium bubble behaviour in neutron-irradiated stainless steel during welding", *Journal of Nuclear Materials*, (1998), 258-263.
15. Hua-Tay Lin, David N. Braski, "Degradation in the weldability of a helium-containing vanadium alloy", *Journal of Nuclear Materials* vol. 217, 209-212, (1994).
16. B.T. Timofeev, G.P. Karzov, A.A. Gorbakony, Yu K. Nikolaev, "Corrosion and mechanical strength of welded joints of downcomers for RBMK reactors", *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol.76, 299-307, (1999).
17. Genta Takano, Osa Matsumoto and Yoshimi Uratani, "Welding of stainless steel in nuclear industry", *Welding in the world / Le soudage dans le monde*, Vol.36, (1995), 193-200.
18. R. Durand-Smet, "Réacteurs à eau sous pression (description) ", *Techniques de l'Ingénieur, traité Génie nucléaire*, Volume B 3 100 – 1, 1-28.
19. Association Vincotte Nucléaire, "Concepts de base et fonctionnement d'un réacteur à eau pressurisée", Site AVN (1999).
20. Gazette, « Impasse nucléaire », sûreté nucléaire, système en 3D, incidents et accidents, Chapitre 9, Gazette.

21. CCSIN, Dossier sûreté, Gazette nucléaire 1997, site gazette nucléaire.
22. Pierre Samuel, "l'énergie nucléaire", les amis de la terre, (janvier 96).
23. D.L. Linning, H Hatton, "A theory for predicting the interface pressure of rolled joints", United Kingdom Atomic Energy Authority, (1964).
24. S.N. Patankar and Tan Ming Jen, "Superplastic forming of commercial purity aluminium", *Scripta Materialia*, Vol.38, no.1, (1998), 145-148.
25. Oscar A. Kaibyshev, "Fundamental aspects of superplastic deformation", *Materials Science and Engineering*, vol. A324, (2002), 96-102.
26. I.C. HSIAO and J.C. Huang, "Development of low temperature superplasticity in commercial 5083 Al-Mg alloys", *Scripta Materialia*, Vol.40, no.6, (1999), 697-703, 1999.
27. S.N. Patankar and Tan Ming Jen, "Strain rate insensitive plasticity in aluminium alloy 5083", *Scripta Materialia* vol. 38, no. 8, (1998), 1255-1261.
28. Eric M. Taleff, Mamoru Nagao, Kenji Higashi and Oleg D. Sherby, "High-Strain-rate superplasticity in ultrahigh-carbon steel containing 10wt.% Al (UHCS-10Al)", *Scripta Materialia* vol. 34, no. 12, (1996), 1919-1923.
29. R.S. Mishra, R.Z. Valiev, S.X. McFadden, R.K. Islamgaliev and A.K. Mukherjee, "Severe plastic deformation progressing and high strain rate superplasticity in aluminum matrix composite", *Scripta Materialia*, Vol. 40, no. 10, (1999), 1151–1155.
30. X. Feaugas, "On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K: back stress and effective stress", *Acta mater.* Vol. 47, no. 13, (1999), 3617-3632.
31. B. Baudalet et M. Suery; "Mise en forme superplastique", *Technique de l'ingénieur*, MC1, M613.
32. A. Darsouni, B. Bouzabata et F. Montheillet, "Déformation à chaud d'un acier microallié au Nb, V et Ti", Séminaire sur les matériaux et applications, USTHB, 2001.



33. T. Hasegawa, T. Yasuno, T. Nagal and T. Takahashi, “Origin of superplastic elongation in aluminum alloys produced by mechanical milling”, *Acta mater.* Vol. 46, no. 17, (1998), 6001-6007.
34. John Gittus; “Creep viscoelasticity and creep fracture in solids”, American Society for metals, 1978.
35. V.K. Portnoy and I.I. Novikov, “Evaluation of grain boundary sliding contribution to the total strain during superplastic deformation”, *Scripta Materialia*, Vol. 40, no. 1, (1999), 39–43.
36. Horng-yu Wu, “Influence of strain rates and strain states on the formability of a superplastic 8090 aluminum alloy”, *Journal of Materials Processing Technology* 101, (2000), 76-80.
37. Karl-Erik Thelning, Steel and its heat treatment, 2nd edition, Butterworths, (1984)
38. Document SIDER, “Etude des effets des éléments chimiques et des paramètres du laminage sur la résilience du X60”, document interne.
39. Philippe Charlier, “aciers à dispersoïdes”, *Techniques de l’ingénieur*, volume 2 I, chapitre M310.
40. Le Ban A.B. and Saint Martin L.N., “Using laboratory simulation to improve rolling schedules and Equipment”, *Micro alloying*, vol. 75, 90-98.
41. Roberts, M. S., “Micro alloyed constructional steels (HSLA-steels) – Relationship between Microstructure and Properties”, *Scanmetall*, 1981.
42. E 8M, Standard methods for tension testing of metallic materials (metric), E 21 – 79, standard recommended practice for elevated temperature tension tests of metallic materials.
43. K. Tsuzaki, Huang Xiaoxu and T. Maki, “Mechanism of dynamic continuous recrystallization during superplastic deformation in a microduplex stainless steel”, *Acta mater.* Vol. 44, no 11, (1996), 4491-4499.