

**THÈSE DE DOCTORAT
DE
L'UNIVERSITE PARIS VI**

Spécialité :
Solides, Structures et Systèmes Mécaniques

par

Benoit Vereecke

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Pierre et Marie Curie

Sujet de la thèse :
**UNE ANALYSE PROBABILISTE DU
COMPORTEMENT D'UNE FAMILLE D'ACIERS POUR
CUVE DE REP EN CAS D'ACCIDENT GRAVE**

Thèse à soutenir devant le jury composé de :

ESTEBAN BUSO	Rapporteur
THIERRY DESOYER	Rapporteur
YVES BRÉCHET	Examineur
HÉLÈNE BURLET	Examinatrice
GEORGES CAILLETAUD	Examineur
JEAN-BAPTISTE LEBLOND	Examineur
JOËL KICHENIN	Co-encadrant
RENÉ BILLARDON	Directeur de thèse

Laboratoire de Mécanique et Technologie
(ENS Cachan/CNRS/Université Paris 6)
61 Avenue Président Wilson, 94235 CACHAN CEDEX (France)

Table des matières

Présentation de l'étude	1
1 Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles	3
1.1 Introduction	5
1.2 Problématique	6
1.3 L'acier 16MND5: une famille de matériaux	14
1.4 Analyse probabiliste des essais de fluage	32
1.5 Conclusions : objectifs de cette étude	41
2 Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5	43
2.1 Introduction	44
2.2 Analyse chimique des deux nuances	45
2.3 Analyse de la remise en solution des éléments d'alliage	46
2.4 Cinétique de croissance des grains austénitiques	56
2.5 Carte des mécanismes d'endommagement	65
2.6 Conclusions	69
3 Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5	71
3.1 Introduction	72
3.2 Un modèle de comportement multimécanisme à haute température	73
3.3 Identification quantitative	80
3.4 Implantation numérique dans Cast3M	104
3.5 Simulations numériques	110
3.6 Conclusions	125
4 Mise en place d'un outil de validation expérimentale	127
4.1 Introduction	128
4.2 Développement d'un nouveau moyen d'essai	129
4.3 Premier essai	139
4.4 Conclusions	144
5 Une approche probabiliste de la rupture à haute température de structures en 16MND5	147
5.1 Introduction	148

5.2	Définition du caractère aléatoire de la dégradation à haute température de la famille 16MND5	149
5.3	Prise en compte d'un chargement thermo-mécanique aléatoire	151
5.4	Prise en compte d'une méconnaissance du comportement du matériau	155
5.5	Conclusions	162
	Conclusions et perspectives	163
	Bibliographie	166
	Annexes	173
A	Le matériau 16MND5	175
A.1	Norme RCCM [RCC]	175
A.2	Procédé de fabrication des viroles	175
A.3	Hétérogénéités dans la cuve	178
A.4	Diagramme d'équilibre	180
A.5	Diagramme TRC du 18MND5	181
B	Compléments sur l'étude métallurgique	183
B.1	Résultats du dosage des éprouvettes de l'étude métallurgique	184
B.2	Principe du Pouvoir Thermo Electric	186
B.3	Moyens expérimentaux	187
B.4	Influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur la mesure du PTE	189
B.5	Compositions des attaques chimiques	190

Table des figures

1.1	Calcul d'une cuve en cas d'accident grave.	5
1.2	Schéma de fonctionnement d'une centrale nucléaire à réacteur à eau pressurisée.	7
1.3	Différentes éléments constitutifs d'une cuve.	8
1.4	Schéma d'ensemble d'une cuve équipée. On distingue le couvercle de la cuve (1); le tube guide (2); la cuve (3); les colonnes d'instrumentation (4); les colonnes d'entretien (5); les commandes des barres de contrôle (6); l'assemblage combustible (7); les instruments internes (8). Les circulations d'eau du circuit primaire sont représentées par des flèches.	8
1.5	Dégâts à l'intérieur de la cuve suite à l'accident de TMI.	9
1.6	Situations des échantillons prélevés sur le fond de la cuve.	9
1.7	Analyse d'un accident de type "bain de corium" (d'après J.M. Seiler).	10
1.8	Photo de la maquette de cuve lors d'un essai LHF.	11
1.9	Schéma du montage des essais LHF.	11
1.10	Essai RUPTHER sur un tube chauffé et sous pression interne.	11
1.11	Rupture de tube lors d'essai RUPTHER.	11
1.12	Essai sur maquette LHF présentant une rupture avec striction locale importante.	12
1.13	Essai sur maquette LHF présentant une rupture sans striction locale.	12
1.14	Calcul de déchirure de cuve avec le modèle de viscoplasticité multiplicative couplé à un endommagement isotrope (d'après L. Nicolas).	13
1.15	Evolution du taux d'impuretés dans les coulées de Creusot-Loire.	17
1.16	Evolution du taux d'impuretés dans les coulées de Creusot-Loire.	17
1.17	Microstructure d'une éprouvette 16MND5 (attaque Villela).	19
1.18	Mise en évidence de la plasticité de transformation de phase lors d'un essai unidirectionnel sur le 16MND5 [Cor01].	19
1.19	Influence de la structure initiale et de la vitesse de chauffage sur les températures d'austénitisation. 1: ferrite+carbures sphéroïdisés, 2: martensite revenue à 710°C, 3: ferrite+perlite moyenne, 4: ferrite+perlite fine, 5: bainite, 6: martensite, 7: martensite revenue à 500°C, 8: martensite revenue à 670°C (acier 50CrMo4).	21
1.20	Essai de dilatométrie au chauffage sur l'acier 16MND5.	21
1.21	Températures de changement de phase pour l'acier 16MND5.	22
1.22	Photo de la débouchure de virole nuance A.	23
1.23	Comparaison des essais de traction à 1000°C.	24
1.24	Comparaison des essais de traction à 1300°C.	24

1.25	Striction à rupture en traction pour les nuances A et B.	24
1.26	Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage lors de l'étude comparative des nuances A et B.	25
1.27	Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage lors de l'étude sur la nuance C.	25
1.28	Comparaison des essais de fluage à 900°C et 13MPa.	25
1.29	Comparaison des essais de fluage à 900°C et 26MPa.	25
1.30	Comparaison des essais de fluage à 900°C et 28MPa.	26
1.31	Comparaison des essais de fluage à 900°C et 35MPa.	26
1.32	Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 10MPa.	26
1.33	Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 17MPa.	26
1.34	Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 20MPa.	26
1.35	Comparaison des essais de fluage à 1100°C et 5.5MPa.	26
1.36	Comparaison des essais de fluage à 1100°C et 9MPa.	27
1.37	Comparaison des essais de fluage à 1300°C et 3MPa.	27
1.38	Analyse qualitative des modes d'endommagement et de rupture sur les faciès de rupture des éprouvettes en 16MND5 nuances A ou B. . .	28
1.39	Endommagement intergranulaire à 900°C sur la nuance B.	28
1.40	Endommagement intergranulaire à 1000°C sur la nuance B.	28
1.41	Observation d'endommagement intragranulaire sur la nuance B. . . .	29
1.42	Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage à taille de grains austénitiques imposée.	30
1.43	Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 15MPa.	30
1.44	Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 26MPa.	30
1.45	Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 35MPa.	31
1.46	Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 9MPa.	31
1.47	Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 15MPa.	31
1.48	Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 26MPa.	31
1.49	Influence de la taille de grain sur la vitesse de déformation.	31
1.50	Notations des grandeurs caractéristiques d'une courbe de fluage. . . .	33
1.51	Ensemble des essais de fluage de 800 à 1300°C.	34
1.52	Moyenne des essais de fluage de 800 à 1300°C.	34
1.53	Moyenne, écart-type et coefficient de variation des essais de fluage de 800 à 1300°C.	35
1.54	Vitesse de déformation des essais de fluage de 800 à 1300°C.	35
1.55	Temps à rupture des essais de fluage de 800 à 1300°C.	36
1.56	Histogramme du seuil des déformations ϵ_D lors des essais de fluage de 800 à 1300°C.	36
1.57	Représentation des déformations d'endommagement ϵ_3 lors des essais de fluage de 800 à 1300°C, en fonction de $\left(\frac{t}{t_r}\right)$	37
1.58	Histogramme des déformations d'endommagement à rupture ϵ_{3r}	37
1.59	Représentation unique des essais de fluage de 800 à 1300°C.	38
1.60	Absence de corrélation entre $\frac{\epsilon}{\epsilon_r}$ et la température pour $\frac{t}{t_r} = 0.5$	39
1.61	Ecart-type (σ) et coefficient de variation $\left(\frac{\sigma}{m}\right)$ des essais de fluage. . .	40
1.62	Distribution d'endommagement initial.	41
1.63	Calcul d'une cuve en cas d'accident grave.	42

2.1	Echantillon de 16MND5 ayant servi aux prélèvements des éprouvettes de nuance A.	45
2.2	Echantillon de 16MND5 ayant servi aux prélèvements des éprouvettes de nuance B.	45
2.3	Premier type de traitement thermique appliqué aux éprouvettes de PTE.	47
2.4	Second type de traitement thermique appliqué aux éprouvettes de PTE.	47
2.5	Géométrie des éprouvettes de PTE.	48
2.6	Schéma de prélèvement des éprouvettes de PTE.	49
2.7	Influence sur la mesure du PTE de la position de prélèvement dans l'épaisseur pour la nuance A.	49
2.8	Influence sur la mesure du PTE de la position de prélèvement dans l'épaisseur pour la nuance B.	50
2.9	Influence sur la mesure du PTE de l'orientation de prélèvement pour la nuance B.	50
2.10	Evolution du PTE en fonction des conditions d'austénitisation pour la nuance A.	51
2.11	Evolution du PTE en fonction des conditions d'austénitisation pour la nuance B.	51
2.12	Histogramme des écarts de mesure de PTE entre les deux nuances.	52
2.13	Valeur du PTE en fonction de la dissolution des éléments d'alliage.	53
2.14	Profil de dureté sur une éprouvette décarburée ($V_C=0.1^\circ\text{C/s}$, $T_m=900^\circ\text{C}$, $t_m=2\text{s}$, $V_R=400^\circ\text{C/s}$).	53
2.15	Cinétique de grossissement de grains des deux nuances A et B (synthèse des résultats de M. Martinez et K. Sestier).	59
2.16	Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 10h à 1000°C	60
2.17	Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 10h à 1000°C	60
2.18	Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 30mn à 1100°C	61
2.19	Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 30mn à 1100°C	61
2.20	Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 5h à 1100°C	61
2.21	Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 5h à 1100°C	61
2.22	Croissance de la taille de grain expérimentales et simulées pour les deux nuances.	64
2.23	Simulation des tailles de grain limite pour chaque nuance.	64
2.24	Comparaison des tailles de grain courantes pour chaque nuance.	65
2.25	Comparaison des tailles de grain courantes pour chaque nuance.	65
2.26	Essai de fluage à 1000°C avec endommagement ductile de la nuance A et endommagement intergranulaire de la nuance B.	66
2.27	Essais de fluage à 1100°C avec endommagement ductile des deux nuances.	66

2.28	Essai de fluage à 1000°C après surchauffe à 1200°C avec endommagement ductile des deux nuances.	67
2.29	Vitesse de fluage secondaire après dissolution des impuretés.	68
2.30	Carte des mécanismes d'endommagement des deux nuances A et B.	69
3.1	Essais de traction à 700°C sur l'acier nuance A.	74
3.2	Essais de traction à 1100°C sur l'acier nuance A.	74
3.3	Essais de relaxation sur l'acier de nuance A de 700 à 1300°C.	74
3.4	Mécanismes d'endommagement intergranulaire et intragranulaire.	75
3.5	Algorithme d'identification de la loi de comportement.	83
3.6	Essai de dilatation au chauffage.	86
3.7	Evolution en température du coefficient de dilatation δ	86
3.8	Evolution du module d'Young.	86
3.9	Vitesses de fluage secondaire fonction de la contrainte de 500 à 700°C.	88
3.10	Vitesses de fluage secondaire fonction de la contrainte de 800 à 1300°C.	88
3.11	Comparaison des vitesses de fluage secondaire expérimentales et simulées à 1000°C.	89
3.12	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 9.5MPa.	89
3.13	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 15.1MPa.	89
3.14	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.	89
3.15	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 26MPa.	89
3.16	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour les essais de traction à 1000°C à différentes vitesses de déformation.	90
3.17	Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de relaxation à 1000°C.	90
3.18	Evolution du module d'Young E	90
3.19	Evolution de l'écroutissage à saturation R_∞	90
3.20	Evolution du coefficient d'écroutissage b	91
3.21	Evolution de la limite d'élasticité σ_Y	91
3.22	Evolution du module de viscosité K	91
3.23	Evolution de l'exposant de viscosité n	91
3.24	Seuil d'endommagement pour les essais de fluage de 800 à 1300°C pour la nuance A.	92
3.25	Seuil d'endommagement pour les essais de fluage de 500 à 700°C pour la nuance A.	92
3.26	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 9.5MPa.	93
3.27	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 15.1MPa.	93
3.28	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.	93
3.29	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 26MPa.	93

3.30	Evolution du seuil d'endommagement p_d .	94
3.31	Evolution du coefficient d'endommagement S_d .	94
3.32	Evolution de l'exposant d'endommagement s_d .	94
3.33	Vitesse de fluage secondaire en fonction de la taille de grain -lorsque l'endommagement de fluage n'apparaît plus sur l'acier nuance B-.	95
3.34	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1000°C et 26MPa.	96
3.35	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1100°C et 5.5MPa.	96
3.36	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1100°C et 9MPa.	97
3.37	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1300°C et 3MPa.	97
3.38	Evolution du coefficient k_1 .	97
3.39	Evolution du coefficient k_2 .	97
3.40	Evolution de l'exposant α .	97
3.41	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 10MPa.	98
3.42	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 10MPa.	98
3.43	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 15MPa.	99
3.44	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.	99
3.45	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 20MPa.	99
3.46	Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 20MPa.	99
3.47	Evolution du coefficient de l'endommagement de fluage S_c pour $d_g = d_g^{lim}(T)$.	100
3.48	Evolution de l'exposant de l'endommagement de fluage s_c pour $d_g = d_g^{lim}(T)$.	100
3.49	Carte des mécanismes d'endommagement.	100
3.50	Evolution de S_c en fonction de la taille limite des grains d_g^{lim} .	101
3.51	Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement pour les essais de fluage à 1000°C et 17MPa.	102
3.52	Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement pour les essais de fluage à 1000°C et 26MPa.	102
3.53	Schéma illustrant l'algorithme itératif de résolution globale sur une structure.	106
3.54	Illustration de la nécessité d'utiliser des éléments sous intégrés.	110
3.55	Géométrie des éprouvettes.	111

3.56	Conditions aux limites pour les différentes éprouvettes AE (le maillage correspondant à l'éprouvette AE_{10}).	112
3.57	Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_{10}	113
3.58	Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_4	114
3.59	Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_2	115
3.60	Evolution temporelle de l'endommagement ductile pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).	116
3.61	Evolution de l'endommagement ductile en fonction de la déformation plastique cumulée p pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).	116
3.62	Evolution de l'endommagement de fluage temporelle pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).	117
3.63	Evolution de l'endommagement de fluage en fonction de la déformation plastique cumulée p pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).	117
3.64	Evolution temporelle de l'endommagement ductile aux points de Gauss considérés (éprouvette AE_4).	119
3.65	Evolution temporelle de l'endommagement de fluage aux points de Gauss considérés (éprouvette AE_4).	119
3.66	Evolution de l'endommagement ductile sur l'axe (éprouvette AE_{10}).	120
3.67	Evolution de l'endommagement de fluage sur l'axe de l'éprouvette (éprouvette AE_{10}).	120
3.68	Evolution de l'endommagement ductile en fonction du rayon dans la section minimale (éprouvette AE_2).	121
3.69	Evolution de l'endommagement de fluage en fonction du rayon dans la section minimale (éprouvette AE_2).	121
3.70	Maillage de la cuve comportant 43433 noeuds i.e. 130299 degrés de liberté.	122
3.71	Température de la cuve à $t=199mn$ (durée totale de l'essai: 200mn).	123
3.72	Evolution temporelle de la température au point le plus chaud lors de l'essai.	123
3.73	Evolution temporelle de la pression au point le plus chaud lors de l'essai.	124
3.74	Conditions aux limites imposées lors de la simulation.	124
3.75	Simulation de l'endommagement ductile à $t=191.26mn$	125
4.1	Vue globale de la machine d'essais triaxiale ASTREE.	129
4.2	Espace d'essais de la machine d'essais triaxiale ASTREE.	129
4.3	Schéma du montage d'essai.	130
4.4	Conception du montage sur SolidWorks.	131
4.5	Géométrie de l'inducteur.	132
4.6	Hétérogénéité du champ de température dans l'éprouvette.	133
4.7	Mesure des déformations de dilatation par extensométrie.	135
4.8	Mesure des déformations de dilatation par corrélation d'images.	135
4.9	Mesure des déformations par corrélation d'images dans les vraies conditions d'essai.	136

4.10	Machine d'essais triaxiale ASTREE.	137
4.11	Géométrie des éprouvettes cylindriques.	139
4.12	Géométrie des éprouvettes axi-symétriques entaillées (AE_χ).	139
4.13	Photos des différentes géométries des éprouvettes usinées.	139
4.14	Photo du montage expérimental en situation.	140
4.15	Photo du montage expérimental en situation.	140
4.16	Chargement imposé et instants de prise des photos.	141
4.17	Courbe contrainte-déformation dans la direction de traction (16MND5 nuance B à 900°C).	141
4.18	Histoire des déformations mesurées par corrélation d'images (16MND5 nuance B à 900°C).	142
4.19	Photos de l'éprouvette après rupture.	142
4.20	Micrographies (MEB) au voisinage de la surface de rupture.	143
4.21	Micrographies (MEB) au voisinage de la surface de rupture.	143
5.1	Prise en compte de deux sources d'aléa.	149
5.2	Effet de l'énergie W sur la taille de grain limite.	150
5.3	Prise en compte d'un chargement thermo-mécanique aléatoire.	152
5.4	Chargement thermo-mécanique aléatoire considéré.	153
5.5	Histogrammes des temps à rupture.	154
5.6	Probabilités de rupture calculées pour les nuances A et B.	155
5.7	Prise en compte des propriétés aléatoires du matériau.	155
5.8	Les deux fonctions de distribution de l'énergie d'activation W considérées.	156
5.9	Chargement thermo-mécanique considéré.	156
5.10	Probabilités cumulées des distributions choisies.	158
5.11	Histogrammes des distributions de W calculées.	158
5.12	Histogrammes des temps à rupture.	159
5.13	Probabilités de rupture.	159
5.14	Cartes des isovaleurs des moyennes de temps à rupture en fonction des paramètres de la loi de distribution de W	161
5.15	Cartes des isovaleurs d'écart-types de temps à rupture en fonction des paramètres de la loi de distribution de W	161
A.1	Empreinte Baumann d'un lingot de 30 tonnes en acier au Carbone montrant les différentes ségrégations.	176
A.2	Différentes opérations de forgeage.	177
A.3	Micrographie de veines sombres.	178
A.4	Différence de position des zones ségrégées pour un lingot conventionnel et un lingot creux.	179
A.5	Diagramme d'équilibre métastable Fer-Cémentite.	180
A.6	Diagramme TRC du 18MND5 (d'après P. Le Bec [BM91]).	181
B.1	Dosage des éprouvettes en 16MND5 nuance A	184
B.2	Dosage des éprouvettes en 16MND5 nuance B	185
B.3	Effet Seebeck (1826)	186
B.4	Effet Peltier (1834)	186

B.5	Effet Thomson (1856)	187
B.6	Dilatometre de trempe DT1000 en fonctionnement	188
B.7	Four du dilatometre de trempe	188
B.8	PTEmetre	188
B.9	Petit tiroir du PTEmetre	188
B.10	Influence de l'epaisseur de l'eprouvette sur la mesure du PTE pour l'acier 16MND5 nuance B	189

Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques dimensionnelles des cuves de réacteurs.	7
1.2	Evolution de la composition chimique moyenne à la coulée des cuves (viroles de coeur) [BDDR97].	15
1.3	Coefficients d'influence des éléments d'alliage sur la résistance et sur la ténacité: $P = \text{Constante} + a.VT + b.C + c.S + d.P + e.Si + f.Mn + g.Ni + h.Cr + i.Mo + j.Sn$ 15	
1.4	Comparaison des compositions chimiques moyennes (% massique) données par les procès verbaux des fabricants.	16
1.5	Températures de changement de phase au chauffage.	22
1.6	Traitements thermiques donnant les tailles de grain souhaitées.	29
1.7	Essais de fluage après une mise en température standard: $t_{chauffage} = 3$ ou 4 heures, $t_{maintien} = 4$ à 10 heures.	32
1.8	Essais de fluage après un pré-traitement thermique ayant pour but de fixer la taille de grain.	33
2.1	Dosage des éléments d'alliage sur les deux nuances A et B de 16MND5.	46
2.2	Ensemble des traitements thermiques réalisés sur chaque nuance.	48
2.3	Duretés après traitements thermiques sur la nuance B en surface et à coeur des éprouvettes.	54
2.4	Dureté après traitements thermiques sur les nuances A et B.	55
2.5	Mesure de taille de grain sur la nuance B (d'après M. Martinez).	58
2.6	Mesure de taille de grain sur la nuance A (d'après K. Sestier).	58
2.7	Mesure de taille de grain maximale sur la nuance A (d'après K. Sestier).	59
2.8	Ensemble des traitements thermiques qui ont servi à la mesure des tailles de grains austénitiques sur les deux nuances A et B.	60
2.9	Valeurs mesurées de la taille de grain sur les deux nuances.	61
2.10	Base de données expérimentale pour l'identification du modèle de croissance de grain austénitique pour les deux nuances A et B.	63
2.11	Paramètres du modèle de croissance de taille de grain (relations 2.15, 2.16 et 2.17) identifiés pour les deux nuances A et B.	63
3.1	Ensemble des essais mécaniques de 20 à 800°C disponibles pour l'identification	84
3.2	Ensemble des essais mécaniques de 900 à 1300°C disponibles pour l'identification	85
3.3	Identification de l'effet de la taille de grain sur le comportement.	96

3.4	Essais de fluage pris en compte pour identifier l'effet de la taille de grain limite sur l'endommagement	102
3.5	Ensemble des équations dans le cas où les deux variables d'endommagement ne sont pas couplées aux déformations élastiques	108
3.6	Ensemble des équations dans le cas où les deux variables d'endommagement sont couplées aux déformations élastiques	109
3.7	Comparaison des calculs avec ou sans couplage de l'endommagement avec l'élasticité.	125
4.1	Campagne expérimentale envisagée pour la validation du modèle de comportement.	144
A.1	Spécification des caractéristiques mécaniques du 16MND5 en traction [RCC].	175
A.2	Spécification des caractéristiques mécaniques du 16MND5 en résilience [RCC].	175
A.3	Différents traitements thermiques appliqués à la virole.	178

Présentation de l'étude

Cette étude se place dans le cadre général des travaux ayant pour but d'analyser la tenue mécanique des cuves de Réacteur à Eau Pressurisée (REP) en cas d'accident grave. Ce concept grave peut correspondre à de très nombreux scénarios différents i.e. à des évolutions très différentes des sollicitations thermo-mécaniques imposées à la structure et donc au matériau. De plus, nous montrons dans ce manuscrit que pour le même chargement thermo-mécanique, le comportement mécanique et en particulier la dégradation à très haute température du matériau constituant ces cuves peuvent, d'une cuve à l'autre, être très différents.

Envisager une analyse stochastique de la ruine en conditions accidentelles des cuves de REP du parc français pose donc principalement deux problématiques différentes: d'une part, la prise en compte des aléas liés au chargement thermo-mécanique lors de l'analyse de la ruine d'une cuve donnée et d'autre part la prise en compte des aléas liés au comportement du matériau.

C'est sur ce dernier point que notre travail a principalement porté. Il a consisté à identifier des paramètres judicieux de microstructure qui permettent de rendre compte de la variabilité du comportement du matériau à haute température, puis à développer et à implanter dans un code de calcul une loi de comportement macroscopique viscoplastique endommagée couplée à ces paramètres de microstructure. La mise en oeuvre de ce modèle de comportement nous permet de calculer des probabilités de rupture d'une structure pour un certain type d'aléas sur le chargement ou sur le matériau.

Ce mémoire est découpé en cinq chapitres traitant successivement de la bibliographie et de l'introduction du travail, d'une étude métallurgique, d'une étude de modélisation-identification-implantation-simulation, de la mise au point d'un montage expérimental d'essais mécaniques et enfin d'une procédure de calculs des probabilités de rupture d'une structure.

Dans le premier chapitre, nous décrivons les différents organes et la fabrication des cuves de REP, le choix et l'évolution dans le temps de l'acier 16MND5 constituant les cuves françaises, le type de chargements thermo-mécaniques considérés dans le cadre des accidents graves, les différentes études antérieures sur la simulation numérique de dégradation des cuves de REP lors d'accidents graves, les variabilités du comportement et des mécanismes d'endommagement à haute température selon la provenance du 16MND5 et enfin les objectifs de la suite du travail.

Dans le second chapitre, nous présentons une étude métallurgique, qui nous a permis de comprendre les causes des différences de comportement et d'endommagement à haute température sur deux nuances de 16MND5. Ce second chapitre nous

a permis d'identifier les paramètres de microstructure judicieux qui nous ont permis d'expliquer les phénomènes observés lors des essais macroscopiques de fluage et de traction. L'identification de ces paramètres permet d'introduire le concept de famille de matériaux 16MND5 dont les différentes nuances ont un comportement en partie identique et en partie différent.

Dans le troisième chapitre, nous avons proposé une loi de comportement à haute température et une stratégie d'identification appliquée aux essais disponibles pour l'ensemble de la famille de matériaux 16MND5. Les équations de la loi de comportement et la stratégie d'identification pour les différentes nuances sur les différents types d'essai sont expliquées en détail. Cette loi de comportement a été implantée dans le logiciel de simulation par éléments finis Cast3M. Nous proposons des simulations numériques d'essais de fluage sur éprouvettes, afin de montrer les performances et les limites actuelles de l'implantation de la loi de comportement. Enfin, nous montrons également la faisabilité d'une simulation de ruine de cuve en conditions accidentelles.

Dans le quatrième chapitre, nous présentons le développement et la mise au point d'un montage d'essais mécaniques à haute température. Le but de ce montage est de réaliser les essais supplémentaires nécessaires pour valider le modèle à l'aide d'essais sur éprouvettes axi-symétriques lisses ou entaillées provenant de plusieurs cuves différentes.

Dans le cinquième chapitre, nous présentons des calculs de probabilité de rupture en tenant compte de deux sources d'aléas distincts : le matériau et le chargement thermo-mécanique. Ce dernier chapitre prend donc en considération l'ensemble des différents résultats des chapitres précédents.

Enfin, nous présentons les conclusions de ce travail de thèse et les différentes perspectives et développements qui peuvent être envisagés.

Chapitre 1

Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

Sommaire

1.1	Introduction	5
1.2	Problématique	6
1.2.1	La cuve des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP)	6
1.2.2	Les accidents graves	7
1.2.3	Simulations expérimentales et numériques existantes	10
1.3	L'acier 16MND5: une famille de matériaux	14
1.3.1	Variabilité de la composition chimique	14
1.3.1.1	Choix des éléments d'alliage	14
1.3.1.2	Variabilité de la composition chimique moyenne	16
1.3.1.3	Procédés de fabrication et variabilité de la composition chimique locale	16
1.3.2	Les transformations métallurgiques	18
1.3.2.1	Transformations au refroidissement	18
1.3.2.2	Transformations au chauffage	20
1.3.3	Variabilités du comportement mécanique à haute température	23
1.3.3.1	Variabilité du comportement en traction	23
1.3.3.2	Variabilité du comportement en fluage	24
1.3.3.3	Variabilité des modes d'endommagement et de rupture	27
1.3.3.4	Effet de l'histoire thermique sur le comportement en fluage	29
1.4	Analyse probabiliste des essais de fluage	32
1.4.1	Base de données expérimentale en fluage	32
1.4.2	Quantification de la variabilité du comportement en fluage [VBH03a]	34
1.4.3	Identification d'un paramètre aléatoire [VBH03b]	37
1.4.3.1	Loi de comportement viscoplastique à écrouissage multiplicatif couplée à l'endommagement de fluage	37
1.4.3.2	Représentation unique des essais de fluage	38

1.4.3.3	Distribution d'endommagement initiale D_0	39
1.5	Conclusions : objectifs de cette étude	41

1.1 Introduction

Le 28 Mars 1979, l'accident de la tranche 2 de la centrale nucléaire de Three Mile Island (TMI) aux Etats-Unis a provoqué la fusion du cœur du réacteur et la formation de corium (mélange liquide de combustible et des organes du cœur fondu) qui s'est déversé au fond de la cuve du réacteur sans la traverser. Cet accident n'a pas causé de dommage à l'environnement extérieur à la cuve. Le 26 Avril 1986, le réacteur de la tranche 4 de la centrale nucléaire de Tchernobyl en Ukraine a explosé, provoquant une pollution radioactive de l'atmosphère. Cet accident fit de nombreuses victimes à court et long terme.

Suite à ces deux accidents, de nombreuses études ont été menées afin d'améliorer les dispositifs de sécurité dans les centrales nucléaires actuelles, mais également afin de déterminer les marges de sécurité des installations pour différents scénarios de dysfonctionnement. Dans ce contexte, l'étude de la résistance de la cuve du réacteur est particulièrement importante puisque cette structure constitue la première barrière de confinement du cœur radioactif de la centrale.

Cette étude porte plus particulièrement sur la prévision du comportement d'une cuve de Réacteur à Eau Pressurisée (REP) français lors d'un hypothétique accident grave de type TMI, i.e. lorsque la structure est soumise à des températures et des pressions résiduelles susceptibles de conduire à sa ruine. Les travaux dans le cadre desquels s'insère donc cette étude visent à mettre en place un outil de simulation numérique permettant de prévoir le comportement jusqu'à rupture d'une structure soumise à un chargement thermo-mécanique extrême (cf. Figure 1.1).

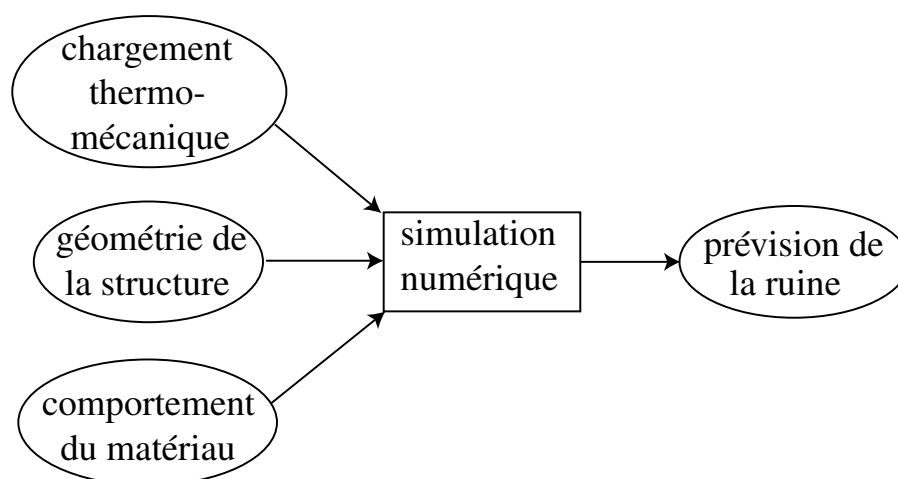


Figure 1.1 – *Calcul d'une cuve en cas d'accident grave.*

La première partie de ce chapitre est consacrée à la description de la structure et du type de chargement thermo-mécanique extrême à étudier, ainsi qu'à un bref bilan des études expérimentales et numériques déjà menées sur le sujet.

La deuxième partie du chapitre est consacrée à l'acier 16MND5 constituant la cuve des REP français. Cette étude bibliographique fait apparaître que les différentes cuves du parc français ont été construites avec des matériaux de compo-

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

tions voisines mais de propriétés mécaniques différentes. En particulier, différents essais mécaniques réalisés sur trois nuances de 16MND5 ont permis de mettre en évidence des différences de comportement et d'endommagement très importantes à haute température (i.e. loin des conditions de fonctionnement normal). Ceci implique qu'envisager une analyse de la ruine en conditions accidentelles du parc français des cuves de REP implique de prendre en compte cette variabilité de comportement du matériau.

Une première tentative de prise en compte de cette variabilité consiste à tenter de corréliser cette réponse variable (des différentes nuances) du matériau à une sollicitation thermo-mécanique donnée, avec une certaine dispersion de certain(s) paramètre(s) du modèle utilisé pour décrire son comportement moyen. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'application de cette démarche à une base de données expérimentale existant avant le début de cette étude (essentiellement constituée d'essais de fluage sur deux nuances différentes d'acier 16MND5) et à un modèle d'élasto-viscoplasticité multiplicative couplée à un modèle d'endommagement continu utilisé au CEA.

L'analyse du problème faite dans ce chapitre permet de poser en conclusion les bases de la démarche suivie au cours de cette étude.

1.2 Problématique

1.2.1 La cuve des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP)

Les centrales nucléaires utilisant un REP fonctionnent suivant le principe du schéma de la Figure 1.2.

Le fluide caloporteur du circuit primaire est mis sous pression par le pressuriseur, est chauffé dans la cuve par la réaction en chaîne de l'uranium et est véhiculé par la pompe primaire. Un échange de chaleur se fait dans le générateur de vapeur entre le fluide du circuit primaire sous pression et le fluide du circuit secondaire. L'eau du circuit secondaire est alors transformée en vapeur. Cette vapeur alimente une turbine couplée à un générateur de courant électrique.

La cuve étant le seul élément ne pouvant être remplacé lors de l'utilisation d'une centrale, sa durée de vie détermine la durée de vie de la centrale nucléaire. Cette cuve est composée de deux viroles de coeur (C1 et C2), d'une virole porte-tubulure (B), d'une calotte supérieure faisant office de couvercle et d'un fond hémisphérique (cf. Figure 1.3). La virole porte-tubulure reçoit les arrivées et sorties d'eau du circuit primaire. Le couvercle est percé pour le passage des barres de contrôle qui régulent la puissance du coeur. La Figure 1.4 représente le schéma d'ensemble de la cuve avec ses différents constituants et son coeur composé d'assemblages de crayons de combustible. Des brides en acier permettent d'assembler les différents éléments de la cuve. Tous ces éléments sont en acier 16MND5 et obtenus par forgeage (les opérations de forgeage sont détaillées en Annexe A) afin d'éviter toute soudure longitudinale. Enfin, l'intérieur de la cuve est protégé des agressions de l'eau du circuit primaire par un revêtement (environ 8mm d'épaisseur) soudé en acier inoxydable.

Au fil des années, la puissance des réacteurs et donc les dimensions de la cuve n'ont cessé d'augmenter. Nous avons reporté dans le tableau 1.1, les différentes

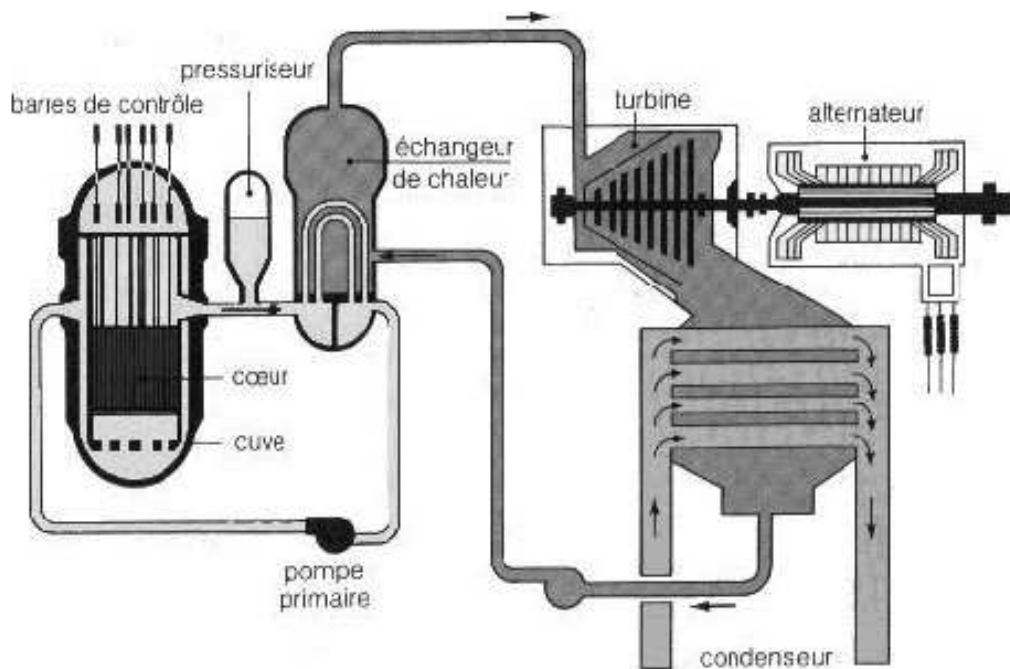


Figure 1.2 – Schéma de fonctionnement d'une centrale nucléaire à réacteur à eau pressurisée.

dimensions caractéristiques des cuves de puissance 900 et 1300MWe:

Cuve	ϕ intérieur	épaisseur	hauteur	poids
900MWe	3.9 m	200 mm	13.2 m	260 t
1300MWe	4.4 m	219 mm	13.6 m	318 t

Tableau 1.1 – Caractéristiques dimensionnelles des cuves de réacteurs.

En service, la cuve d'un réacteur de 900MWe est soumise à une pression de 155 bars, à des températures comprises entre 290 et 325°C et à une irradiation neutronique de l'ordre de $7.10^{10}n.cm^{-2}.s^{-1}$. Face à ce chargement thermo-mécanique et à ces irradiations, une attention particulière et de nombreuses recherches ont été menées pour choisir la composition chimique et la gamme de fabrication adéquates afin de garantir l'intégrité de cette structure essentielle pour plusieurs dizaines d'années.

1.2.2 Les accidents graves

L'accident grave correspond en général à une situation où, suite à une succession de dysfonctionnements, la chaleur dégagée par le cœur du réacteur n'est plus évacuée par le fluide caloporteur du circuit primaire. Si les systèmes de sécurité sont défaillants, la température à l'intérieur de la cuve peut alors augmenter de manière dramatique et mettre en danger l'intégrité de la cuve. Dès lors, de nombreux scénarios différents peuvent être imaginés, chacun conduisant à une histoire de chargement thermo-mécanique différente.

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

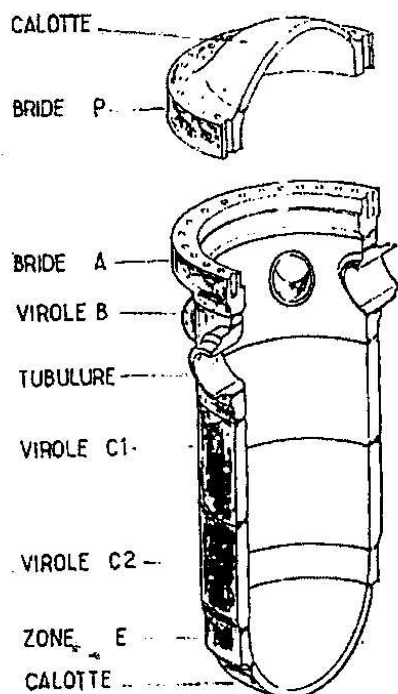


Figure 1.3 – Différentes éléments constitutifs d'une cuve.

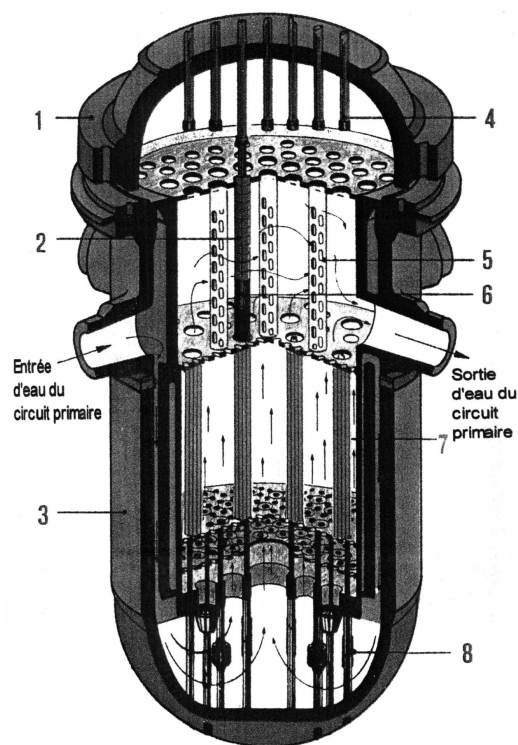


Figure 1.4 – Schéma d'ensemble d'une cuve équipée. On distingue le couvercle de la cuve (1); le tube guide (2); la cuve (3); les colonnes d'instrumentation (4); les colonnes d'entretien (5); les commandes des barres de contrôle (6); l'assemblage combustible (7); les instruments internes (8). Les circulations d'eau du circuit primaire sont représentées par des flèches.

L'accident de Three Mile Island (TMI) aux Etats-Unis et son analyse [OCD93] ont permis de quantifier les dégâts engendrés et les températures atteintes dans l'acier de cuve. Un schéma des dégâts sur la cuve suite à l'accident de TMI est donné en Figure 1.5.

De grandes quantités de matériaux fondus du coeur se sont déplacés vers le fond de la cuve sous pression, causant des dommages thermiques aux structures supportant l'instrumentation au fond de cette cuve. Après avoir retiré le combustible, un robot automatisé a prélevé des échantillons à divers endroits du fond de la cuve précisés en Figure 1.6.

Des études métallurgiques menées sur ces échantillons dans différents pays (Etats-Unis [Kor93], Allemagne [RKS93], Finlande [Pel93], Japon [TSK93], France [NS93] et Italie [MMBV93]) ont permis d'estimer les températures atteintes lors de l'accident : les isovaleurs de température ainsi obtenues sont représentées en Figure 1.6. La durée pendant laquelle la température maximale de 1100°C fut atteinte a été estimée à quelques heures.

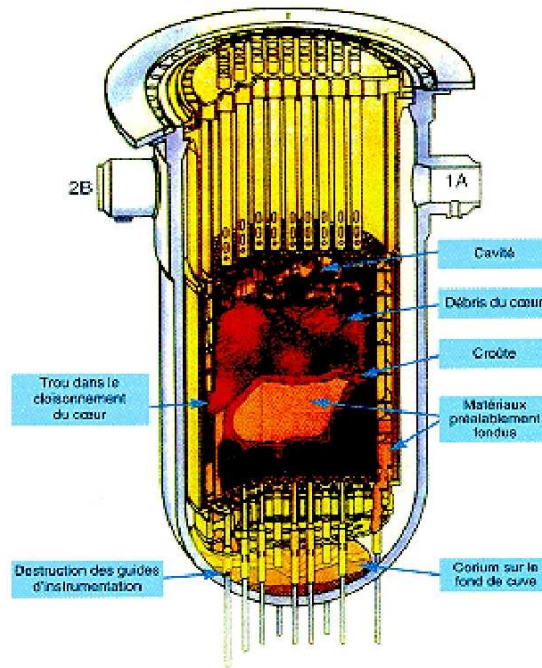


Figure 1.5 – Dégâts à l'intérieur de la cuve suite à l'accident de TMI.

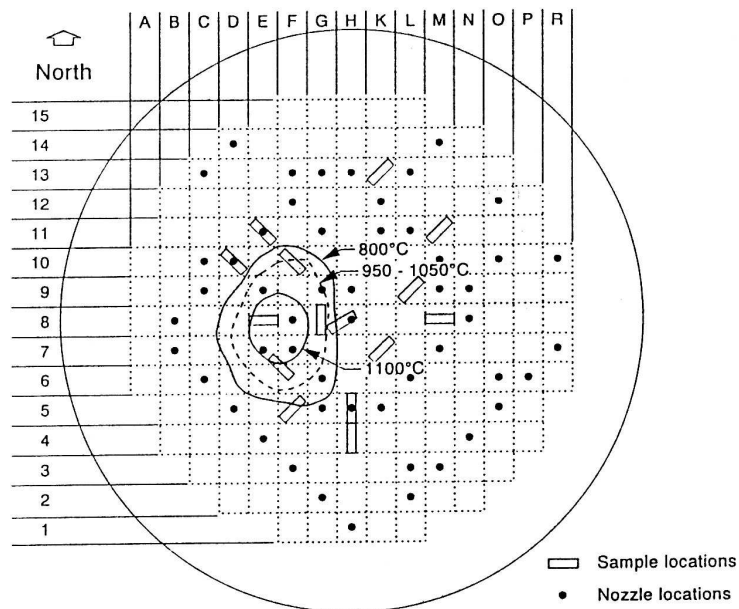


Figure 1.6 – Situations des échantillons prélevés sur le fond de la cuve.

Une fois l'analyse de l'accident de TMI terminée, certains auteurs ont extrapolé cet incident en un scénario "bain de corium" qui peut se former par fusion du coeur et déversement des divers éléments fondus dans le fond de la cuve. Ainsi J.M. Seiler

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

[Sei96] a calculé les épaisseurs résiduelles de la cuve pour différents flux thermiques dégagés par le bain de corium. Ce flux thermique est évacué à travers la cuve dans l'eau dans laquelle est alors noyé le réacteur. L'épaisseur résiduelle estimée pour un flux de $1\text{MW}/\text{m}^2$ est de 43.5mm . Le gradient thermique maximal dans l'épaisseur de la cuve correspond à des températures en paroi interne de 1500°C et en paroi externe de 140°C (cf. le schéma donné en Figure 1.7 par K. Sestier [Ses98] à partir des travaux de J.M. Seiler). Le bain de corium perdant progressivement de sa puissance, la température en paroi interne est inférieure à 800°C après 50 heures de fusion du coeur.

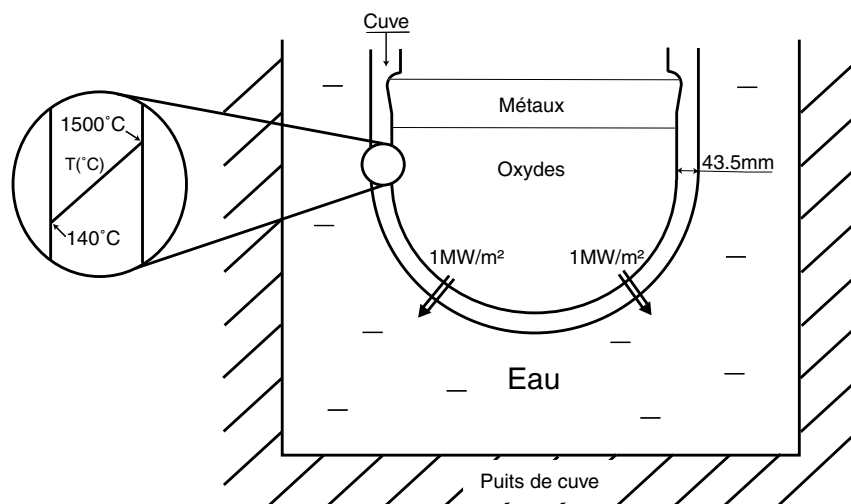


Figure 1.7 – Analyse d'un accident de type "bain de corium" (d'après J.M. Seiler).

1.2.3 Simulations expérimentales et numériques existantes

Suite à l'accident de Three Mile Island et à son analyse, chaque pays constructeur de centrale nucléaire -tel que la France, l'Allemagne ou les Etats-Unis- ayant utilisé sa propre nuance d'acier (de composition proche mais malgré tout différente), différents projets nationaux et internationaux ont été initiés pour simuler expérimentalement et numériquement la rupture (de maquettes) de cuve sous pression en conditions accidentelles.

Quelques campagnes expérimentales ont été réalisées sur des maquettes de cuve soumises à une pression à haute température :

- les essais américains LHF (Lower Head Failure) [OEC98] [San99] sur des maquettes de cuve à l'échelle 1/4.85 (cf. les Figures 1.8 et 1.9) composées de l'acier SA533B1 ;
- les essais suédois FOREVER (Failure Of REactor VEssel Retention) [SNDK99] sur des maquettes de cuve à l'échelle 1/10 fabriquées en acier 16MND5.

D'autres campagnes expérimentales ont été réalisées sur des mini-structures à une échelle plus petite que les essais LHF et FOREVER:

- les essais français RUPATHER [Dev94] [GBM⁺99] du CEA Saclay consacrés à la rupture de tubes en 16MND5 chauffés et sous pression interne (cf. Figures



Figure 1.8 – Photo de la maquette de cuve lors d'un essai LHF.

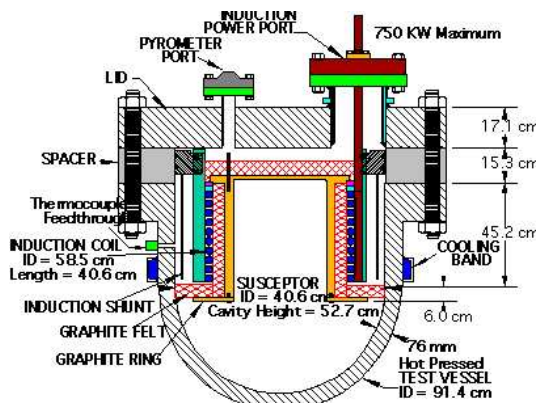


Figure 1.9 – Schéma du montage des essais LHF.

1.10 et 1.11);

- les essais allemand Mpa-Meppen [OKJM88] réalisés sur des tubes en acier 20MnMoNi5-5 chauffés et sous pression.



Figure 1.10 – Essai RUP THER sur un tube chauffé et sous pression interne.

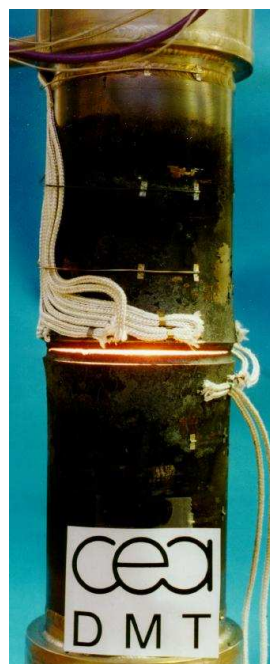


Figure 1.11 – Rupture de tube lors d'essai RUP THER.

De nombreuses études, passées et en cours (cf. par exemple [WASW03]), ont pour but de simuler, jusqu'à la ruine, ces essais sur structures. Différents modes de rupture ayant été observés lors des essais sur maquettes de cuve, différentes stratégies sont proposées.

Des ruptures avec striction importante (cf. Figure 1.12) justifient des analyses

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

de ruine de la structure qui accordent un rôle prépondérant aux instabilités géométriques (cf. par exemple [CN00]).

Des ruptures par déchirure beaucoup plus localisée (cf. Figure 1.13) ont par ailleurs incité à développer des analyses de ruine de la structure qui incluent une modélisation de la dégradation progressive du matériau, autrement dit la prise en compte d'un mécanisme d'endommagement local. Il convient d'ailleurs de remarquer que la mise en oeuvre de tels modèles de comportement local endommagé n'exclut pas par ailleurs la prise en compte d'instabilités géométriques.

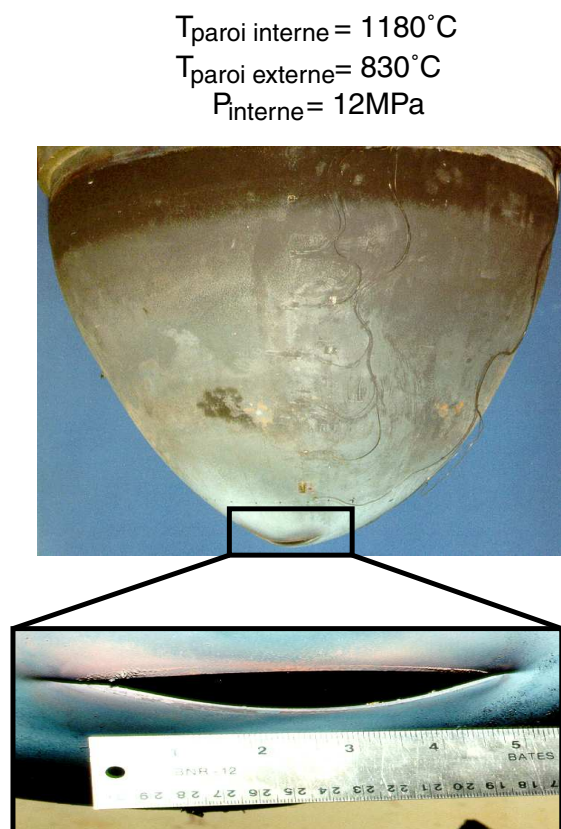


Figure 1.12 – Essai sur maquette LHF présentant une rupture avec striction locale importante.

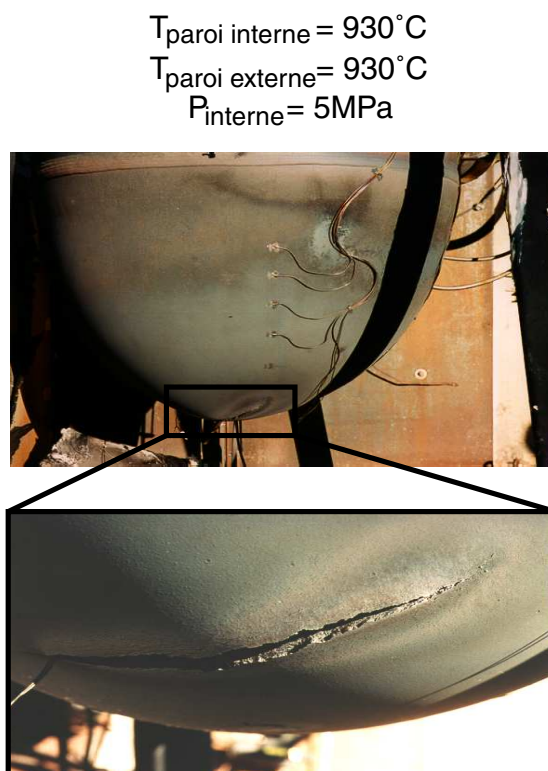


Figure 1.13 – Essai sur maquette LHF présentant une rupture sans striction locale.

Le modèle viscoplastique à écrouissage isotrope multiplicatif couplé à un mécanisme d'endommagement isotrope, actuellement utilisé dans ce contexte par le CEA Saclay [GBM⁺99], correspond à l'ensemble des relations suivantes :

Partition des déformations

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^{elas} + \dot{\epsilon}^{vp} \quad (1.1)$$

Déformation élastique

$$\dot{\epsilon}^{elas} = \frac{1 + \nu}{E} \frac{\dot{\sigma}}{1 - D} + \frac{\nu}{E} \frac{Tr(\dot{\sigma})}{1 - D} \mathbf{Id} \quad (1.2)$$

Taux de déformation viscoplastique

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\sigma}{\sigma_{eq}} \quad (1.3)$$

avec

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \sigma^D : \sigma^D} \quad (1.4)$$

la contrainte équivalente de Von-Mises, et

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}^{vp} : \dot{\epsilon}^{vp}} \quad (1.5)$$

le taux de déformation viscoplastique cumulée.

Ecrouissage multiplicatif isotrope et loi de Norton généralisée

$$\dot{r} = \dot{p}(1 - D) = \left(\frac{\sigma_{eq}}{(1 - D)K r^{1/M}} \right)^N \quad (1.6)$$

Taux d'endommagement isotrope (loi de Kachanov [Kac86] modifiée par Rabotnov) [LC96]

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma_{eq}}{A} \right)^R (1 - D)^{-k(\sigma_{eq})} \quad (1.7)$$

Ce modèle a été identifié [NCC97] à partir d'essais de fluage réalisés dans le cadre de l'étude Rupther [GBM⁺99] sur l'acier 16MND5 français dit de nuance A (présenté plus loin). Implanté dans le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M [Cas], ce modèle a été utilisé pour simuler les essais sur tubes RUPHTHER [Nic97], mais aussi pour simuler numériquement [Nic02] [Nic03] les essais LHF. Lors de ces calculs, la rupture de la cuve, représentée en Figure 1.14, est simulée par érosion successive au cours des pas de temps des éléments endommagés.

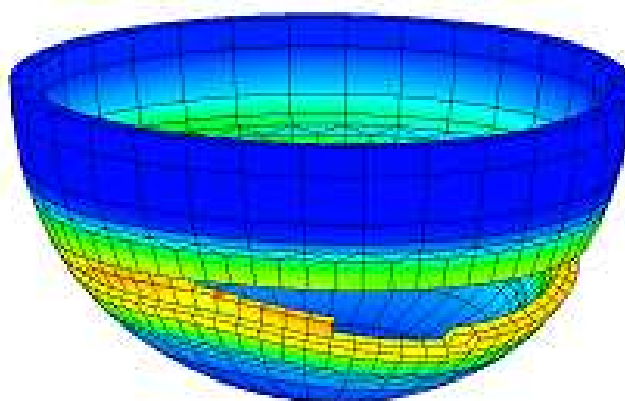


Figure 1.14 – *Calcul de déchirure de cuve avec le modèle de viscoplasticité multiplicative couplé à un endommagement isotrope (d'après L. Nicolas).*

Lors de l'étude Rupther, outre les essais de fluage déjà cités [GRRC95] [GR96], de nombreux autres essais unidimensionnels ont été réalisés, en traction [CB95] [BC95] et relaxation [WC96], de 20 à 1300°C sur le même acier 16MND5 dit de nuance A. Les résultats de ces essais sont discutés ci-après avec les résultats d'essais

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

similaires, réalisés par ailleurs sur d'autres nuances du même acier. Cette confrontation met en évidence des comportements et en particulier des modes d'endommagement différents (plus ou moins ductiles) d'une nuance à l'autre de matériau.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette étude ont donc pour objectif de contribuer au développement des simulations numériques du comportement d'une cuve en situation accidentelle du même type que ceux présentés ci-dessus, mais en intégrant la variabilité des modes de dégradation du matériau (discutés ci-après).

1.3 L'acier 16MND5: une famille de matériaux

1.3.1 Variabilité de la composition chimique

1.3.1.1 Choix des éléments d'alliage

Les différentes viroles des cuves de centrales nucléaires françaises sont en acier 16MND5 (ou 16MnNiMo5). Cet acier a été choisi et développé à partir de l'acier américain SA302B au manganèse et molybdène. Les premières cuves des réacteurs américains de faible puissance étant constituées de tôles, le manganèse avait été choisi pour améliorer la trempabilité et la soudabilité de l'acier, mais aussi pour piéger le soufre afin de former des sulfures de manganèse (MnS) -préférables aux sulfures de fer, néfastes à la résistance mécanique [KL]-. Pour la première cuve française d'épaisseur plus importante, on rajouta du nickel et on diminua le taux de carbone [BDDR97] afin d'améliorer la ténacité et la soudabilité. Depuis cette première cuve construite en 1961, la composition chimique moyenne de cet acier a évolué. Cette évolution résulte d'une meilleure connaissance de l'influence des éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques mais également de l'évolution des moyens d'élaboration des aciers qui permet de diminuer le taux des impuretés et d'obtenir des fourchettes de compositions plus étroites. Cette évolution de la composition chimique est également corrélée avec l'évolution de la puissance des réacteurs dont les dimensions et les épaisseurs des cuves augmentent en conséquence [CCDR⁺76]. Cette évolution de la composition chimique est résumée dans le tableau 1.2 donné par Bocquet [BDDR97], où l'on trouve les compositions, de la première cuve jusqu'à la norme RCCM de 1988 [RCC].

En résumé, les éléments d'addition rentrant dans la composition chimique de cet acier faiblement allié sont choisis pour donner au matériau ses propriétés mécaniques finales, en particulier aux températures de fonctionnement normal : bon compromis entre ténacité, résistance, soudabilité et trempabilité dans des épaisseurs importantes et en constante augmentation. La norme RCCM [RCC] définit en particulier la résistance mécanique et la ténacité de l'acier 16MND5 pour différentes températures jusqu'à 350°C (cf. Annexe A).

Par ailleurs, l'influence de chaque élément d'alliage sur la résistance mécanique et sur la ténacité a été identifié par J. Comon [Com77] grâce à une analyse statistique des résultats d'essai sur 312 pièces de cuve (cf. tableau 1.3). Il est à noter que les éprouvettes proviennent du quart de l'épaisseur de cuves et sont donc représentatives de la fabrication et des traitements thermiques des viroles.

Dans ce tableau, nous constatons l'influence positive ou néfaste de chaque élément d'alliage sur les caractéristiques mécaniques de l'acier 16MND5. Nous remar-

Elément (% massique)	1.2MDO7 1961	SA 508 C13 1964	16MND5 RCCM 1980	16MND5 RCCM 1988
Carbone max.	0.23	0.20	0.20	0.20
Manganèse	1.0/1.5	1.2/1.5	1.15/1.55	1.15/1.55
Phosphore max.	0.025	0.012	0.012	0.008
Soufre max.	0.025	0.012	0.012	0.008
Silicium	0.15/0.35	0.15/0.35	0.10/0.30	0.10/0.30
Nickel	0.30/0.70	0.40/0.80	0.50/0.80	0.50/0.80
Chrome max.	0.20	0.25	0.30	0.25
Molybdène	0.35/0.55	0.45/0.60	0.45/0.55	0.45/0.55
Vanadium max.		0.01	0.01	0.01
Cuivre max.	0.25	0.10	0.10	0.08
Cobalt max.	0.02	0.03	0.03	0.03

Tableau 1.2 – Evolution de la composition chimique moyenne à la coulée des cuves (viroles de coeur) [BDDR97].

Propriété étudiée	Rm (kg/mm ²)	Rm (kg/mm ²)	KCV 0°C (kgm/cm ²)	KCV 0°C (kgm/cm ²)	KCV -20°C (kgm/cm ²)	KCV -20°C (kgm/cm ²)
Etat thermique	Trempé+ revenu	Détensionné Détensionné	Trempé+ revenu	Détensionné Détensionné	Trempé+ revenu	Détensionné Détensionné
Constante	24.93	17.20	39.45	20.66	37.40	28.62
Vit. de Trempe (°C/h)	1.51 10 ⁻³	1.46 10 ⁻³	3.56 10 ⁻³	4.24 10 ⁻³	3.97 10 ⁻³	4.90 10 ⁻³
%C	131.77	112.71	-93.3	-30.5	-97.1	-44.0
%S	-	-151.1	-	-	-	-
%P	-	-	-510.9	-783.8	-838.6	-1090.8
%Si	14.69	14.84	-26.35	-28.69	-32.76	-41.69
%Mn	7.59	7.53	-	-	-	-
%Ni	-	16.15	-	-	-	-
%Cr	-	-	27.04	53.44	20.84	25.92
%Sn	-	-	-319.6	-	-	-

Tableau 1.3 – Coefficients d'influence des éléments d'alliage sur la résistance et sur la ténacité: $P = Constante + a.VT + b.C + c.S + d.P + e.Si + f.Mn + g.Ni + h.Cr + i.Mo + j.Sn$

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

quons en particulier l'influence très néfaste sur la ténacité des impuretés tels que le soufre et le phosphore. Les sulfures de manganèse (MnS), entre autres, ont un rôle important dans le déclenchement par clivage de la rupture fragile. Nous pouvons citer S.Renevey [Ren97], S.Carassou [Car99], S.Raoul [Rao99] ou N. Bilger [Bil03] qui lors de leurs thèses, ont étudié l'influence des éléments d'alliage ou des impuretés sur les mécanismes de rupture ductile ou fragile. Plus précisément, les inclusions de MnS ont une forme plutôt ellipsoïdale [Ren97] avec des dimensions moyennes de $12\mu\text{m}$ dans le sens longitudinal, de $10\mu\text{m}$ dans le sens transverse et de $8\mu\text{m}$ dans le sens axial à la cuve. La teneur du matériau en MnS est très faible et peut varier de $f_s = 0.0175\%$ [Tan01] à $f_s = 0.09\%$ [Ren97].

1.3.1.2 Variabilité de la composition chimique moyenne

Comme déjà noté ci-dessus (cf. tableau 1.2), au fil des années, la composition chimique moyenne d'une cuve a évolué. Ceci est illustré par le tableau 1.4 où sont données les compositions chimiques moyennes de deux viroles dites de nuance A et B. La virole de nuance B [Loi79] fut fabriquée par Creusot-Loire en 1978 et la virole de nuance A [Cor84] par Kawasaki en 1984.

16MND5	C	Mn	Ni	Mo	Cr	Si	P	S	Al	V	Ti	N
nuance A	0.17	1.44	0.75	0.51	0.20	0.25	0.004	0.002	0.029	0.0012	0.0032	0.0021
nuance B	0.16	1.31	0.76	0.48	0.18	0.15	0.01	0.006	0.030	0.0010	0.0047	0.0053

Tableau 1.4 – *Comparaison des compositions chimiques moyennes (% massique) données par les procès verbaux des fabricants.*

Nous pouvons constater que les impuretés (P, S, Al, V et N) sont présentes en plus grande quantité dans la nuance B que dans la nuance A. Ceci peut s'expliquer par l'amélioration, pendant les années séparant les dates de fabrication de ces viroles, des techniques d'affinage des sidérurgistes, entraînant une diminution des taux d'impuretés dans les coulées et une meilleure maîtrise des compositions chimiques moyennes (baisse de l'écart-type [BDDR97]). Cette évolution est illustrée par la baisse des taux de soufre et de phosphore donnés sur les Figures 1.15 et 1.16.

1.3.1.3 Procédés de fabrication et variabilité de la composition chimique locale

Les cuves sont constituées de plusieurs viroles et pour obtenir chaque virole, plusieurs étapes de fabrication sont nécessaires. Les étapes successives (détaillées en Annexe A) sont décrites par M. Houzé [Hou02] :

- coulée en lingot plein ou creux ;
- plusieurs opérations de forgeage ;
- plusieurs traitements thermiques.

A l'issue de ces traitements, les viroles sont soudées entre elles, les tubulures sont fixées sur la virole appropriée et le revêtement en acier inoxydable est soudé sur la partie intérieure de la cuve. Après ces opérations de soudage, un traitement

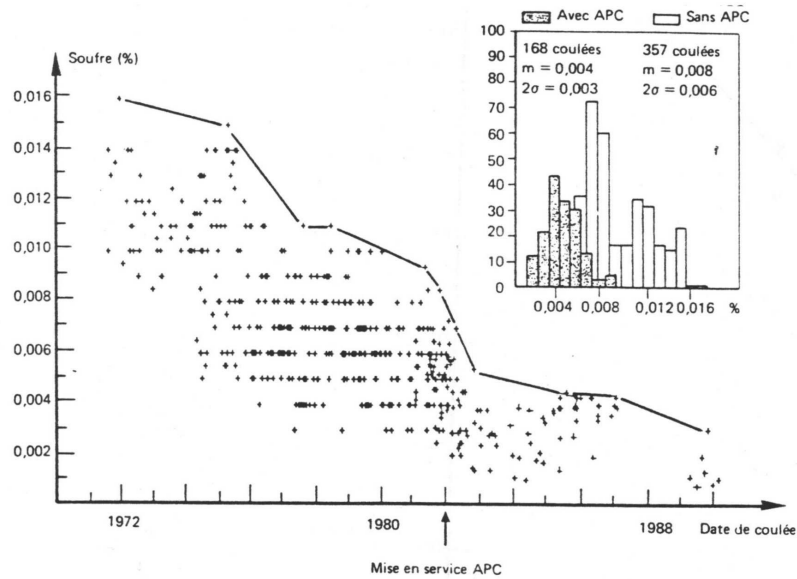


Figure 1.15 – Evolution du taux d'impuretés dans les coulées de Creusot-Loire.

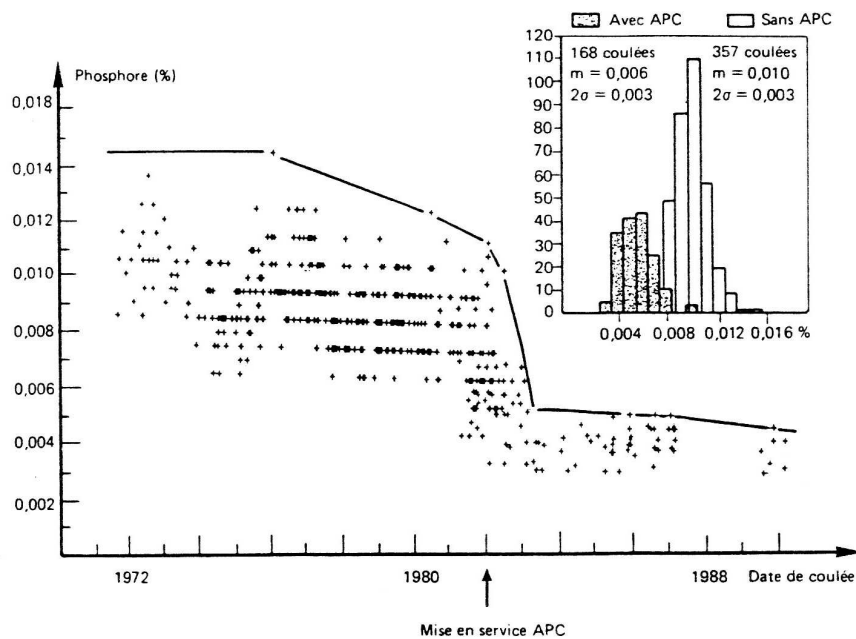


Figure 1.16 – Evolution du taux d'impuretés dans les coulées de Creusot-Loire.

de détensionnement de 10 heures à 610°C permet de relaxer les contraintes internes dues au soudage.

Malgré le savoir-faire des forgerons, cette gamme de fabrication induit inévitablement des variations de la composition chimique et de la microstructure à l'intérieur d'une même cuve et surtout dans l'épaisseur. La principale cause d'hétérogénéité est due au phénomène de ségrégation lors de la solidification du lingot initial (cf. Annexe A).

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

Ce phénomène est à l'origine de zones -plus riches en éléments d'alliage- dites veines sombres, déformées (allongées) par les opérations de forgeage, occupant des positions différentes dans l'épaisseur de la virole selon le mode de coulée du lingot initial (plein ou creux). D'après K. Sestier [Ses98], les dimensions relativement limitées de ces veines sombres sont :

- de 1 à 3mm dans le sens radial,
- de 10 à 15mm dans le sens circonférentiel,
- de 100 à 250mm dans le sens axial.

Les différences de composition du matériau dans ces veines sombres conduit à des propriétés mécaniques différentes (dureté de 250Hv à comparer à une dureté moyenne de 200Hv). En conclusion, non seulement le matériau présente une variabilité en terme de composition chimique moyenne d'une cuve à l'autre, mais également en terme de composition chimique d'un point à l'autre d'une même cuve.

1.3.2 Les transformations métallurgiques

La température de fonctionnement normal de la cuve est d'environ 350°C. Lors d'un accident grave, les températures subies par le matériau peuvent dépasser 1100°C. Il est donc important de connaître les transformations métallurgiques de l'acier 16MND5 qui explique son état aux différentes températures.

1.3.2.1 Transformations au refroidissement

L'acier 16MND5 est un acier (alliage fer-carbone) faiblement allié. Sur une très grande plage de températures supérieures à la température dite d'austénitisation, notée A_3 , la microstructure stable de cet acier correspond à une solution solide de fer à structure cristallographique cubique à faces centrées. L'essentiel des opérations de forgeage à chaud faites sur les cuves se font dans ce domaine.

Lors d'un refroidissement, cette solution solide devient instable et peut se transformer en différentes phases. Ces phases telles qu'elles apparaissent dans l'acier 18MND5, proche du 16MND5 en terme de composition chimique, lors d'un refroidissement à vitesse constante sont indiquées sur le diagramme (température, temps) dit diagramme de Transformation en Refroidissement Continu (TRC) établi par Le Bec [BM91] et donné en Annexe A. Selon la vitesse de refroidissement, de la plus faible à la plus élevée, la microstructure obtenue à température ambiante peut être :

- la microstructure à l'équilibre thermodynamique constituée d'un mélange de ferrite (solution solide de fer à structure cristallographique cubique centrée et de perlite -mélange de ferrite et de carbures de fer Fe_3C -) ;
- de la bainite (ferrite durcie par des petits carbures de fer) ;
- de la martensite (phase cubique centrée obtenue sans diffusion, les éléments d'alliage restant figés en solution solide) ;

Les deux premières transformations impliquent un mécanisme de germination et croissance contrôlé par les défauts cristallographiques (dont les joints de grain) et la diffusion. La taille des grains a donc un effet sur la cinétique des transformations et une microstructure à gros grains a tendance à retarder les transformations (cf. par exemple [Mar99]). Par ailleurs, sous l'effet des éléments d'alliage et en particulier du

molybdène, la transformation bainitique est favorisée par rapport à la transformation ferrito-perlitique.

La microstructure obtenue après les différents traitements thermiques effectués sur la structure après sa mise en forme (cf. Annexe A) correspond à un mélange de 60% de bainite et 40% de ferrito-perlite. Cet état initial dans la cuve est qualifié ci-après état de réception. Cette microstructure complexe est illustrée par la microscopie optique donnée en Figure 1.17.

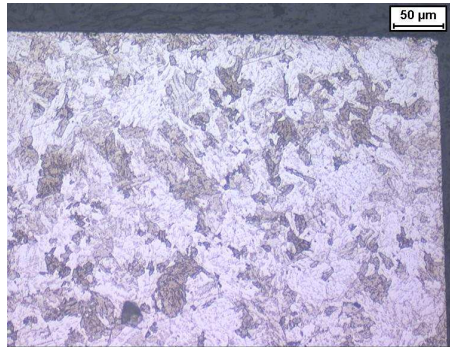


Figure 1.17 – Microstructure d'une éprouvette 16MND5 (attaque Villela).

On peut noter que l'application d'une sollicitation mécanique sur le matériau lors de sa transformation au refroidissement génère un mécanisme de déformation irréversible dit de plasticité de transformation due à l'incompatibilité des déformations (cf. Figure 1.18). M. Coret [Cor01] a étudié expérimentalement ce phénomène lors des transformations bainitique et martensitique sur l'acier 16MND5 soumis à des chargements multi-axiaux.

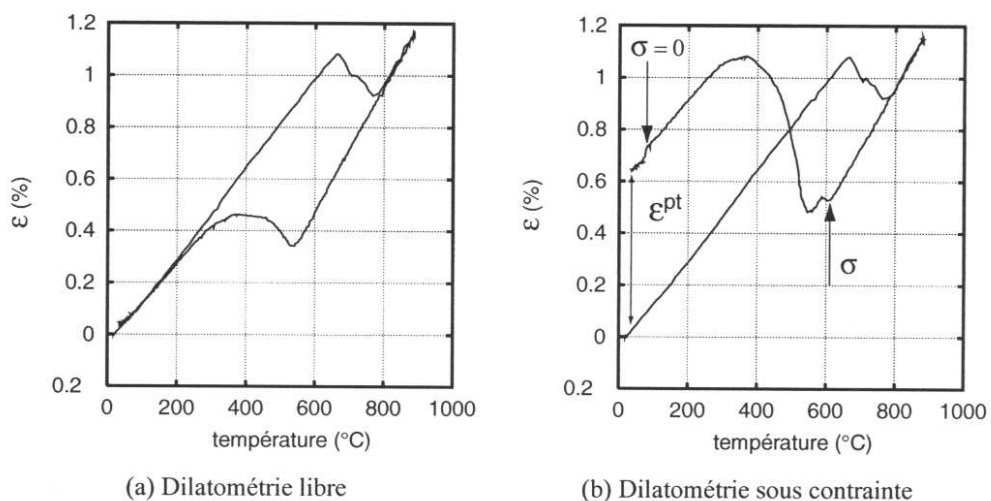


Figure 1.18 – Mise en évidence de la plasticité de transformation de phase lors d'un essai unidirectionnel sur le 16MND5 [Cor01].

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

Bien que lors d'un accident grave certaines zones de la structure risquent d'être soumises à des chocs thermiques au refroidissement, l'essentiel de cette étude a été consacré au comportement de la structure lorsque le matériau est en phase austénitique. Il convient cependant de noter qu'après austénitisation, ce domaine correspond aux températures supérieures à environ 800°C pour des vitesses de refroidissement lentes et aux températures supérieures à 600°C pour des vitesses de refroidissement supérieures à quelques °C/s (cf. le diagramme TRC de l'acier 18MND5 donné en Annexe A).

1.3.2.2 Transformations au chauffage

Bien que cette étude soit essentiellement consacrée au comportement de la structure après austénitisation du matériau, la phase austénitique peut présenter des hétérogénéités héritées du changement de phase au chauffage. Les transformations au chauffage sont plus simples que celles au refroidissement puisqu'une seule phase est formée, l'austénite. Rappelons qu'à température ambiante l'acier à l'état de réception est un mélange de ferrite, de perlite et de bainite, la plupart des éléments d'alliage étant sous forme de composés définis (en particulier des carbures) précipités dans une matrice de fer α à structure cristallographique cubique centrée (CC). Le chauffage induit deux mécanismes aux cinétiques a priori différentes : la matrice de fer α se transforme en fer γ à structure cristallographique cubique à faces centrées (CFC), et les différents précipités se dissolvent. Les températures de début et de fin de transformation au Chauffage de la structure cristallographique de la matrice de fer sont notées AC_1 et AC_3 . Ces températures de transformation de phase ainsi que la température de dissolution des précipités sont fonction de l'état métallurgique initial du matériau et de la vitesse de chauffage [CHC92]. Ces phénomènes -a priori plus prononcés pour cet acier allié- sont illustrés en Figure 1.19 pour l'acier 50CrMo4.

Le changement de phase d'une structure CC en une structure CFC -de compacité plus grande- s'accompagne d'une diminution de volume facilement mesurable, ce qui permet d'estimer aisément les températures AC_1 et AC_3 à partir d'un essai de dilatométrie. Le résultat d'un essai de dilatométrie au chauffage que nous avons réalisé au SRMA du CEA Saclay sur l'acier 16MND5 est donné en Figure 1.20. D'autres traitements thermiques avec différentes vitesses de chauffage (présentés dans le Chapitre 2 de ce mémoire) nous ont permis de quantifier l'influence de la vitesse de chauffage sur les températures AC_1 et AC_3 (cf. Figure 1.21). Le résultat de ces mesures est comparé aux résultats obtenus par M. Coret [Cor01] et K. Sestier [Ses98] dans le tableau 1.5. Les écarts d'au moins 50°C entre nos résultats et ceux de M. Coret d'une part, et ceux de K. Sestier d'autre part, n'ont pas pu être expliqués dans le cadre de cette étude.

M. Coret a également quantifié la plasticité de transformation lors du chauffage. Les déformations résiduelles de plasticité de transformation mesurées pour une contrainte équivalente $\sigma_{eq} = 30\text{MPa}$ appliquée lors du changement de phase sont de l'ordre de $\epsilon_{eq}^{pt} \simeq 0.65\%$, ce qui apparaît négligeable par rapport aux déformations inélastiques de visco-plasticité enregistrées lorsqu'un chargement mécanique est appliqué au matériau en phase austénitique.

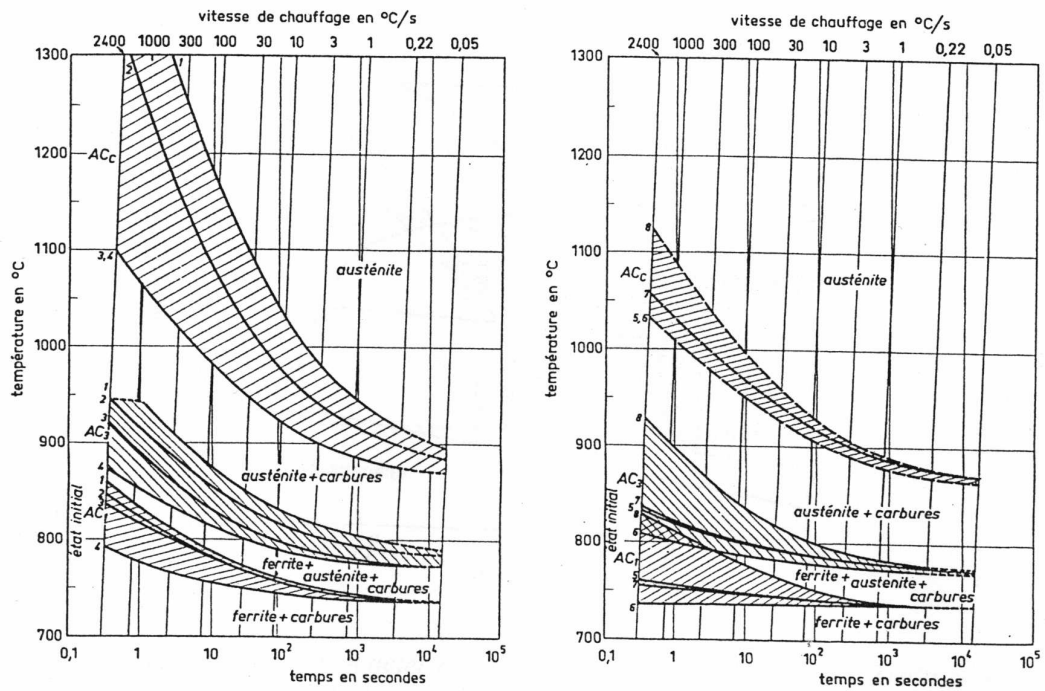


Figure 1.19 – Influence de la structure initiale et de la vitesse de chauffage sur les températures d'austénitisation. 1: ferrite+carbures sphéroïdisés, 2: martensite revenue à 710° C, 3: ferrite+perlite moyenne, 4: ferrite+perlite fine, 5: bainite, 6: martensite, 7: martensite revenue à 500° C, 8: martensite revenue à 670° C (acier 50CrMo₄).

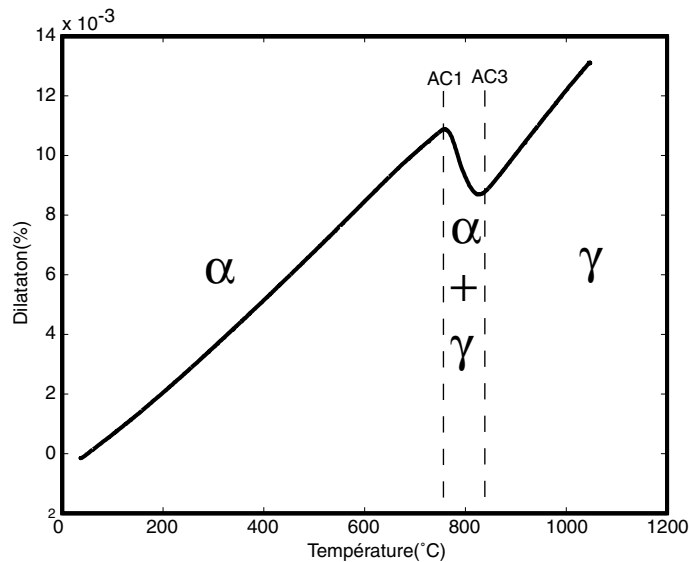


Figure 1.20 – Essai de dilatométrie au chauffage sur l'acier 16MND5.

Après le changement de phase austénitique et la dissolution des précipités, le ma-

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

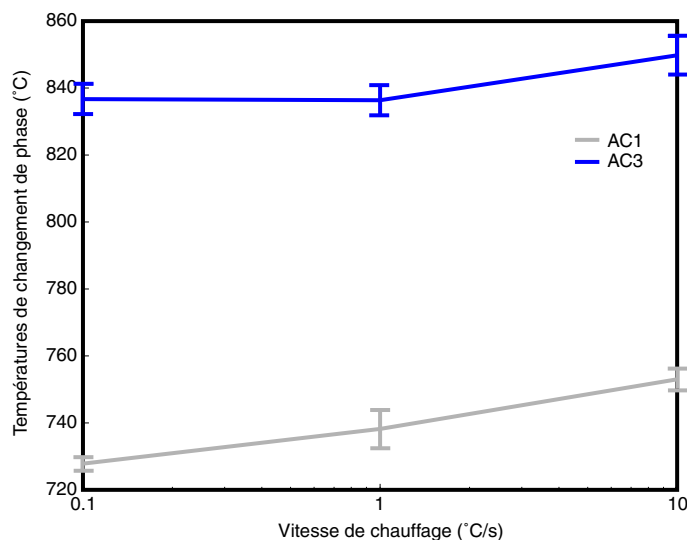


Figure 1.21 – Températures de changement de phase pour l'acier 16MND5.

Auteurs	Vitesse de chauffage (°C/s)	AC1(°C)	AC3(°C)
M. Coret	10	680	800
K. Sestier	0.13	720	840
B. Vereecke	0.1	728	837
	1	738	836
	10	753	850

Tableau 1.5 – Températures de changement de phase au chauffage.

tériau apparaît comme une solution solide d'éléments d'alliage dans du fer CFC approximativement homogène mais sous forme polycristalline. L'énergie libre de cette microstructure dépend donc de l'énergie de surface entre les grains d'austénite qui ont tendance à grossir pour minimiser cette énergie. Ce processus thermiquement activé est reconnu comme ayant un effet direct sur le comportement et l'endommagement des matériaux à haute température. Ce phénomène est discuté plus longuement dans la suite de ce mémoire.

L'essentiel de cette étude sur les conséquences d'un accident grave a été consacré au comportement de la structure lorsqu'elle est soumise à un chargement thermique extrême et que le matériau est en phase austénitique, i.e. chauffé à une température supérieure à environ 850°C. La pré-étude ci-dessus montre cependant que l'état métallurgique (dissolution des précipités, taille des grains) d'un matériau -de composition donnée- à ces températures dépend de son histoire thermique pendant et après le changement de phase, ce qui est susceptible d'entraîner une certaine variabilité du comportement.

1.3.3 Variabilités du comportement mécanique à haute température

1.3.3.1 Variabilité du comportement en traction

Nous avons déjà évoqué ci-dessus les essais de caractérisation réalisés dans le cadre de la campagne Rupther [GBM⁺99] sur l'acier 16MND5 français dit de nuance A. En raison du coût et surtout du volume limité de matière disponible, la plupart des essais mécaniques n'ont pas été réalisés sur d'autres nuances correspondant à d'autres cuves différentes.

Cependant, une étude comparative [Ses99] [SBB⁺98] [BCL99] a été menée pour analyser l'influence de la provenance de l'acier 16MND5 sur son comportement mécanique à haute température. Des essais de traction et de fluage à différentes températures ont été réalisés sur des éprouvettes provenant de débouchures de virole (Figure 1.22) différentes repérées A et B.



Figure 1.22 – Photo de la débouchure de virole nuance A.

Quelques essais de traction ont été doublés (mêmes conditions de chauffage et de chargement) sur les deux nuances. Les essais à 1000°C représentés en Figure 1.23 mettent en évidence que la nuance B rompt de manière beaucoup plus brutale que la nuance A, alors que cette différence de ductilité entre les deux nuances n'apparaît pas à 1300°C (cf. Figure 1.24). La striction à rupture $Z = \frac{S_0 - S_{rupture}}{S_0}$ ($S_{rupture}$ et S_0 désignant respectivement la surface de la section rompue respectivement la surface de la section initiale avant chargement) a été mesurée pour tous ces essais de traction comparatifs entre les deux nuances. L'ensemble des résultats, rassemblés en Figure 1.25, fait apparaître un creux de ductilité important de la nuance B sur une plage de température d'environ 300°C, la chute de striction la plus importante apparaissant à 1000°C environ.

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

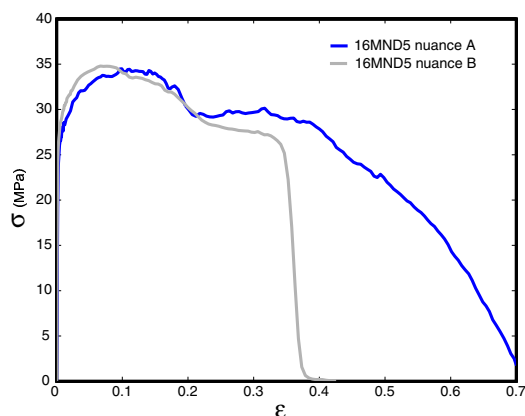


Figure 1.23 – *Comparaison des essais de traction à 1000°C.*

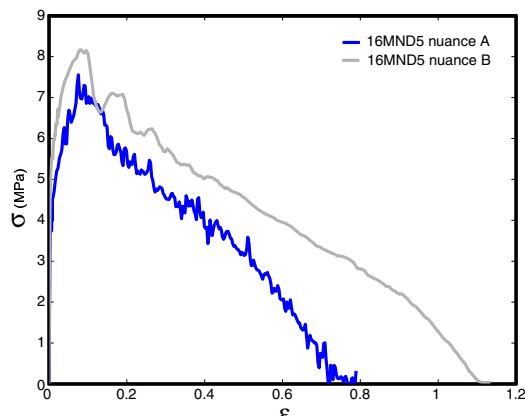


Figure 1.24 – *Comparaison des essais de traction à 1300°C.*

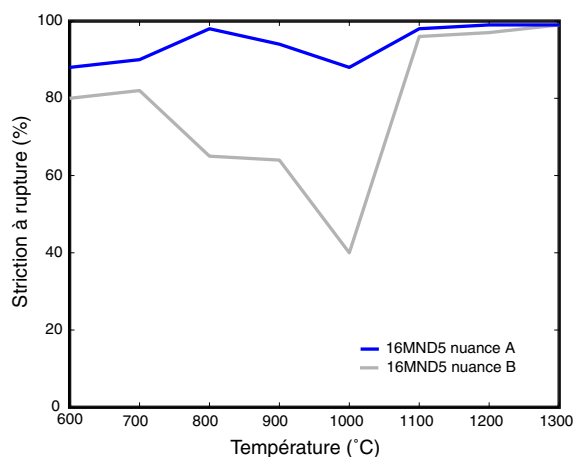


Figure 1.25 – *Striction à rupture en traction pour les nuances A et B.*

1.3.3.2 Variabilité du comportement en fluage

Des essais de fluage comparatifs ont été également réalisés sur les nuances A et B. Les conditions de chauffage avant chaque essai sont représentées en Figure 1.26. De plus, nous présentons des essais de fluage réalisés dans le cadre d'une autre étude menée au CEA Grenoble [GV02] sur une troisième nuance d'acier 16MND5 correspondant à une virole fabriquée par Creusot-Loire, dénommée ci-après nuance C. Pour ces essais, les conditions de chauffage légèrement différentes sont représentées en Figure 1.27. Les longs temps de maintien à la température d'essai avant application du chargement mécanique permettent de garantir une microstructure stable et en particulier une taille des grains austénitiques stables pendant l'essai. La comparaison des résultats des essais de fluage ainsi réalisés sur ces trois nuances est donné en Figures 1.28 à 1.36.

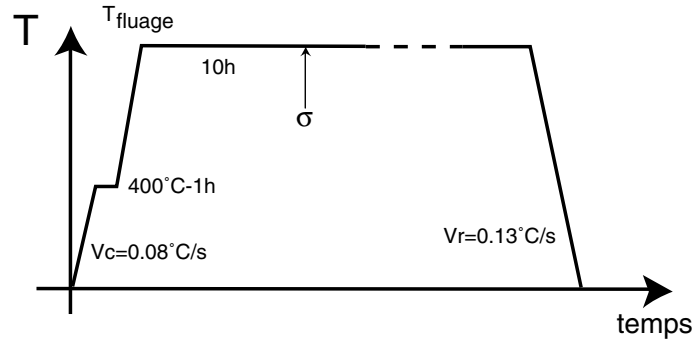


Figure 1.26 – Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage lors de l'étude comparative des nuances A et B.

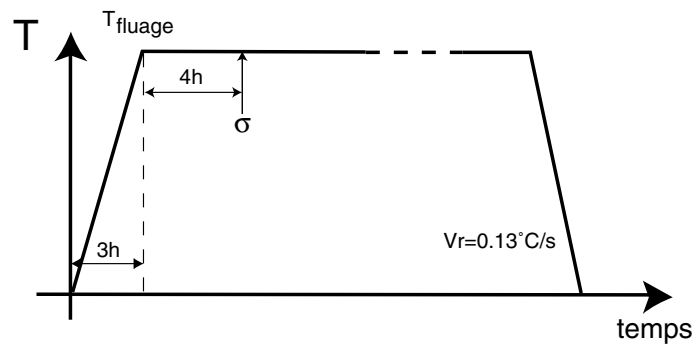


Figure 1.27 – Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage lors de l'étude sur la nuance C.

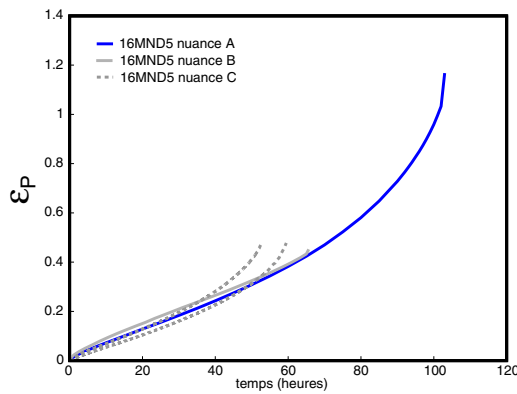


Figure 1.28 – Comparaison des essais de fluage à 900°C et 13MPa.

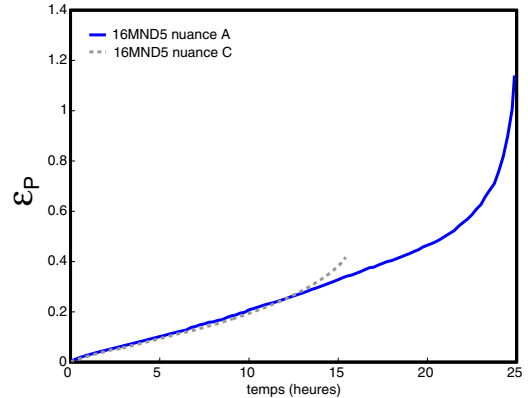


Figure 1.29 – Comparaison des essais de fluage à 900°C et 26MPa.

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

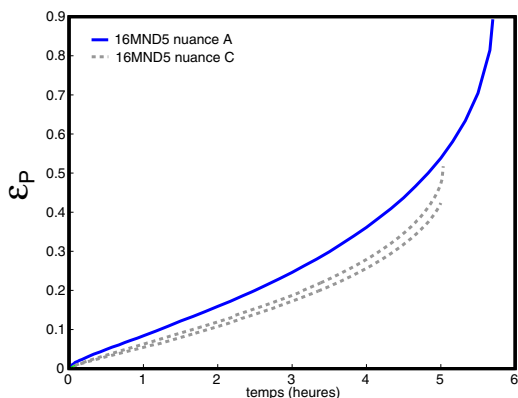


Figure 1.30 – Comparaison des essais de fluage à 900°C et 28MPa.

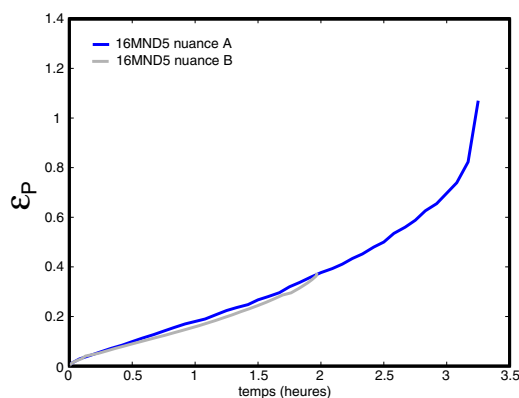


Figure 1.31 – Comparaison des essais de fluage à 900°C et 35MPa.

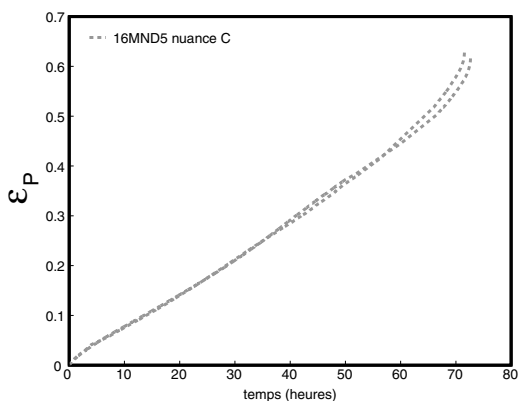


Figure 1.32 – Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 10MPa.

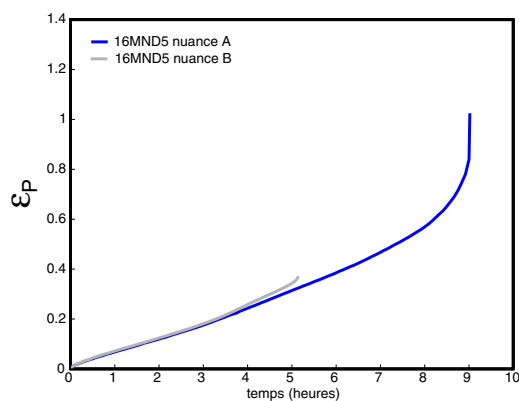


Figure 1.33 – Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 17MPa.

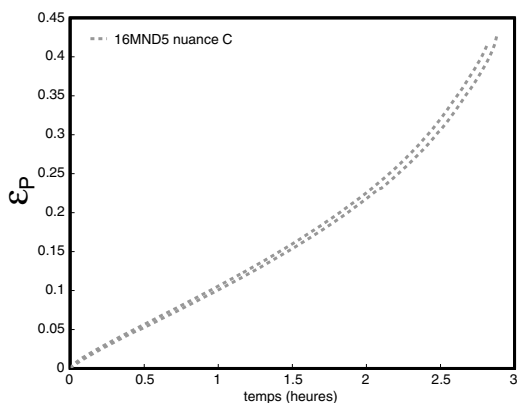


Figure 1.34 – Comparaison des essais de fluage à 1000°C et 20MPa.

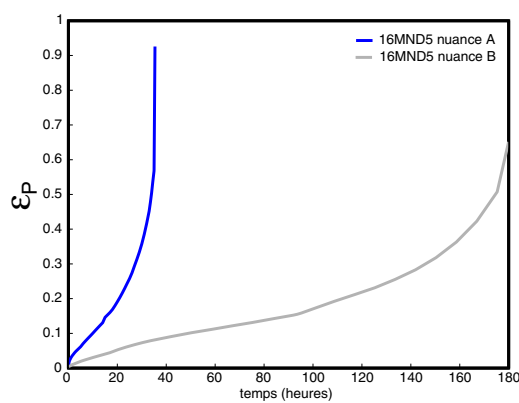


Figure 1.35 – Comparaison des essais de fluage à 1100°C et 5.5MPa.

Ces essais permettent à nouveau de mettre en évidence:

- des différences de comportement en fluage importantes selon la provenance de l'acier ;
- une fragilité de la nuance B à 900 et 1000°C associée à un fluage tertiaire très

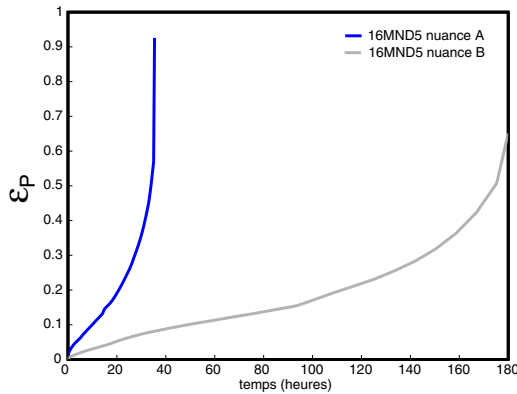


Figure 1.36 – Comparaison des essais de fluage à 1100°C et 9MPa.

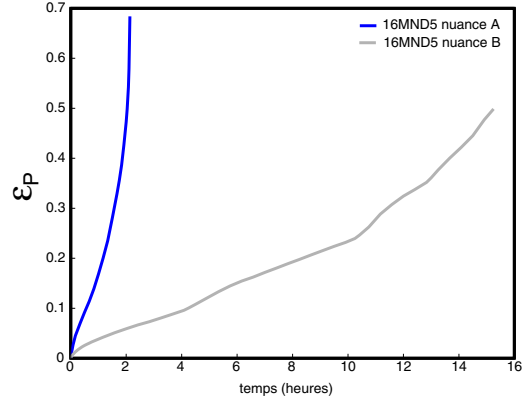


Figure 1.37 – Comparaison des essais de fluage à 1300°C et 3MPa.

peu marqué, des vitesses de déformation de fluage secondaire comparables, et des temps et déformations à rupture plus faibles que ceux de la nuance A ;

- un comportement ductile de la nuance B meilleur que celui de la nuance A, en termes de vitesse de déformation et temps à rupture, au delà de 1000°C ;
- un comportement de la nuance C comparable à celui de la nuance B ;
- une très bonne répétabilité des essais de fluage illustrée par les résultats d'essais sur la nuance C reportés en Figures 1.28, 1.30, 1.32 et 1.34.

1.3.3.3 Variabilité des modes d'endommagement et de rupture

Les études [Ses99] [SBB⁺98] [BCL99] [GV02] brièvement rappelées ci-dessus ont permis d'identifier des différences de comportement en traction et fluage pour trois nuances d'acier 16MND5 provenant de viroles différentes. Dans certains cas (mais malheureusement pas de manière systématique), des analyses post-mortem des faciès de rupture sur les aciers nuances A et B ont permis d'identifier les mécanismes d'endommagement principaux conduisant à la rupture. A partir des analyses réalisées lors des essais de traction et fluage sur la nuance A [GBM⁺99] et lors de l'étude comparative menée au CEA Grenoble [BCL99], nous avons rassemblé dans le diagramme de la Figure 1.38 les modes d'endommagement et de rupture pour les nuances A et B en fonction de la température.

La fragilité de la nuance B autour de 1000°C apparaît caractérisée par une striction plus faible et un endommagement principalement intergranulaire. Ceci est illustré par les observations faites au microscope électronique à balayage (MEB) reportées en Figures 1.39 et 1.40. Il est remarquable que pour cette nuance d'acier 16MND5, ce mode d'endommagement est également observé pour de fortes contraintes appliquées, alors que ce type d'endommagement apparaît généralement pour des contraintes de fluage faibles avec des temps à rupture longs [FPZ93].

Dans les mêmes conditions d'essais et pour la même plage de température (aux environs de 1000°C), l'analyse des faciès de rupture a permis d'identifier, pour la nuance A, un endommagement non pas intergranulaire mais intragranulaire. Ce type d'endommagement est caractéristique d'un endommagement ductile s'initiant et progressant à partir de défauts à l'intérieur des grains. Ce mécanisme d'endommage-

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

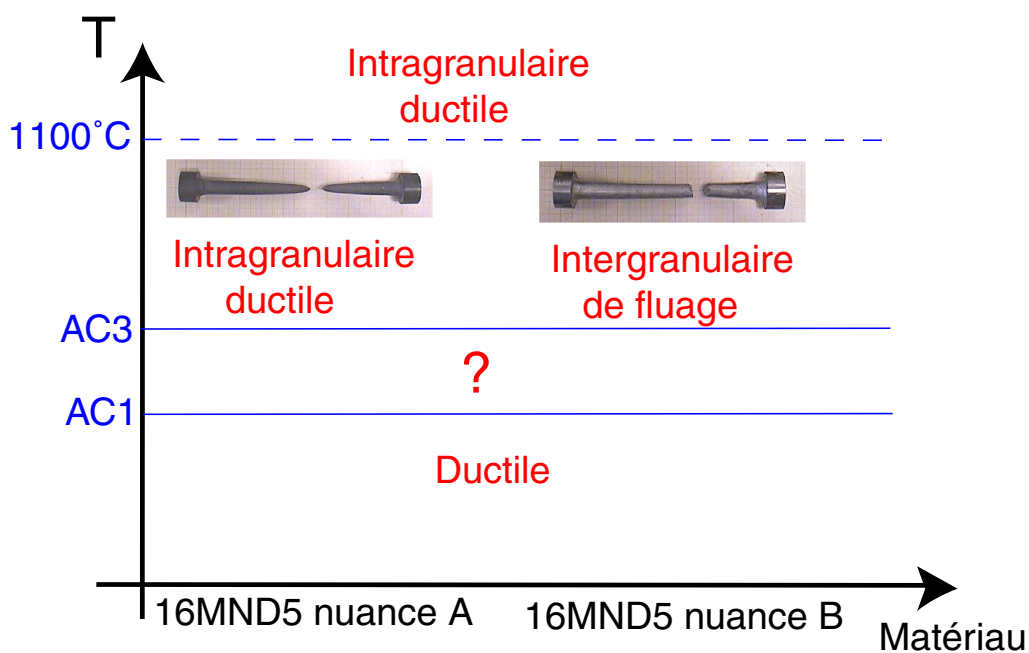


Figure 1.38 – Analyse qualitative des modes d'endommagement et de rupture sur les faciès de rupture des éprouvettes en 16MND5 nuances A ou B.

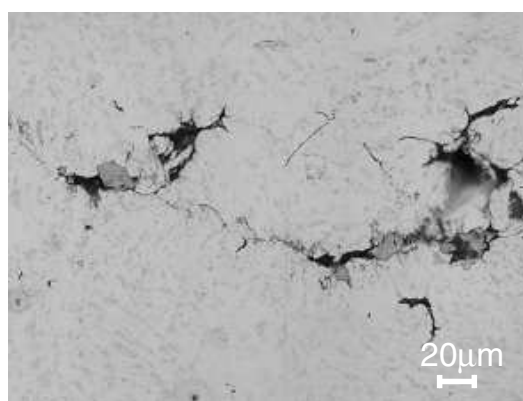
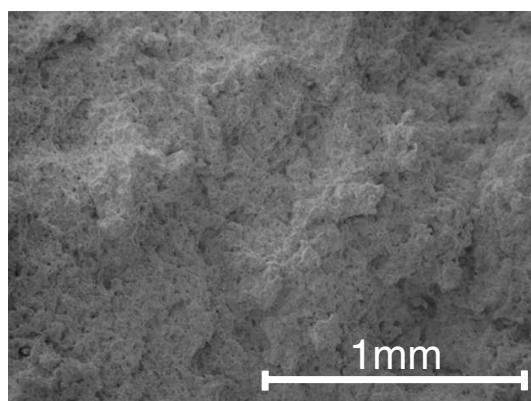


Figure 1.39 – Endommagement intergranulaire à 900°C sur la nuance B.

Figure 1.40 – Endommagement intergranulaire à 1000°C sur la nuance B.

ment, également visible sur l'acier nuance B pour d'autres traitements thermiques, est illustré par les observations au MEB de la Figure 1.41.

De telles différences de ductilité et de mécanismes d'endommagement à hautes températures ont également été étudiées pour d'autres aciers au manganèse par Mintz [CMM87] [MM89]. Pour ces aciers, la fragilité à haute température a pu être corrélée à des teneurs plus élevées de quelques éléments d'alliage. En revanche, les différences de composition des deux nuances A et B (rappelées dans le tableau 1.4) semblent trop faibles pour pouvoir expliquer une telle différence d'endommagement autour de 1000°C.

Il est classique d'observer différents mécanismes d'endommagement sur un même matériau mais en général, ils sont actifs pour des températures et des contraintes

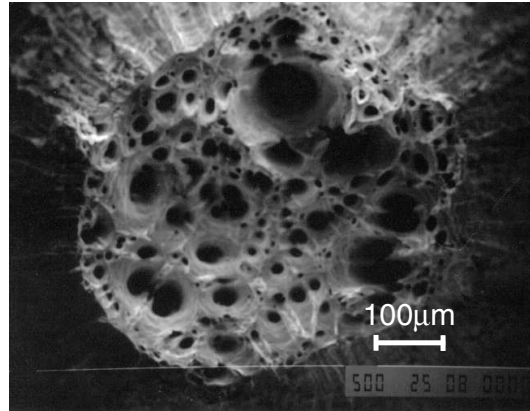


Figure 1.41 – Observation d'endommagement intragranulaire sur la nuance B.

(en fluage) ou des vitesses de sollicitation différentes. M.F. Ashby et al. [AGT79] ont ainsi établi pour différentes classes de matériau -dont les métaux et alliages C.F.C. (comme l'austénite)-, des cartes permettant de différencier les types de mécanismes d'endommagement et de rupture dans différents plans dont (T, σ) .

La carte permettant de distinguer les mécanismes d'endommagement de cette famille d'aciers 16MND5 -qui reste à établir- semble devoir faire intervenir une variable liée à la provenance du matériau.

1.3.3.4 Effet de l'histoire thermique sur le comportement en fluage

K. Sestier [Ses98] a étudié durant sa thèse, sur la nuance A, l'influence de la taille de grain sur le comportement en fluage du 16MND5. Pour cela, elle a tout d'abord identifié la cinétique de grossissement des grains austénitiques en réalisant des traitements thermiques à différentes températures (1000°C, 1100°C, 1200°C et 1300°C) pendant des temps allant de quelques heures à 120 heures. Ainsi, elle a déterminé les traitements thermiques isothermes nécessaires pour obtenir des tailles de grains austénitiques de 25, 80, 300, 400 et 575 μm avant la mise en charge de fluage. Les traitements thermiques appliqués pour obtenir la taille de grain souhaitée sont décrits dans le tableau 1.6 et la Figure 1.42. Cette étude concerne l'acier nuance A.

N° du traitement	Température de maintien	Temps de maintien	dg (μm)
1	1000°C	10h	25
2	1100°C	25mn	80
3	1100°C	10.5h	300
4	1200°C	30mn	400
5	1200°C	3h	575

Tableau 1.6 – Traitements thermiques donnant les tailles de grain souhaitées.

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

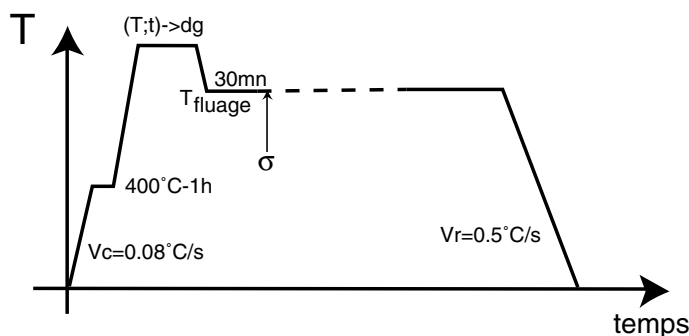


Figure 1.42 – Cycle thermique imposé aux éprouvettes de fluage à taille de grains austénitiques imposée.

Des essais de fluage ont été réalisés sur la même nuance A mais avec 5 tailles de grains austénitiques différentes, à 900°C pour des contraintes de 15, 26 et 35 MPa et à 1000°C pour des contraintes de 9, 15 et 26 MPa. Les résultats de ces 30 essais de fluage sont représentés en Figures 1.43 à 1.48.

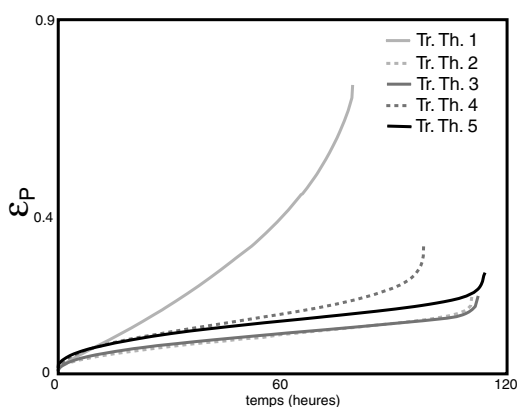


Figure 1.43 – Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 15MPa.

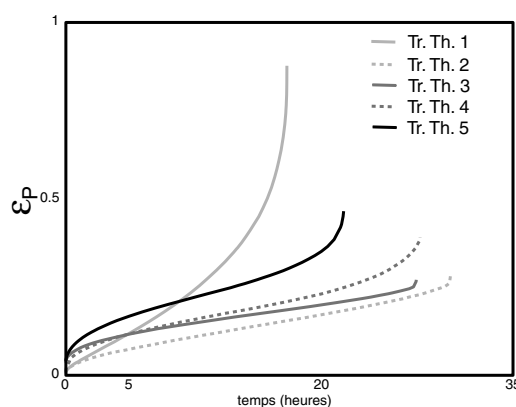


Figure 1.44 – Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 26MPa.

Nous pouvons remarquer sur tous ces essais l'influence significative de la taille de grain sur le comportement en fluage. Selon le traitement thermique avant essai (et donc la taille des grains austénitiques), les vitesses de déformation viscoplastique, les temps et déformations à rupture peuvent varier du simple au triple. Il y a donc un effet significatif de l'histoire thermique qu'a subi le matériau avant essai sur son comportement viscoplastique à haute température. Cependant, l'influence de la taille de grain sur le comportement semble être compliquée comme illustré par la Figure 1.49.

Par ailleurs, le résultat d'un essai réalisé à 1000°C et 26MPa sur la nuance B, et également reporté en Figure 1.48, apparaît surprenant avec une striction à rupture tendant vers 100% nettement supérieure à celle de la nuance A (quelle que soit la taille de grain). Cette ductilité à 1000°C de la nuance B (paradoxale pour cette nuance, fragile à cette température après un prétraitement classique de 10h à la température d'essai), semble liée à un prétraitement de 30mn à 1200°C (appliqué à

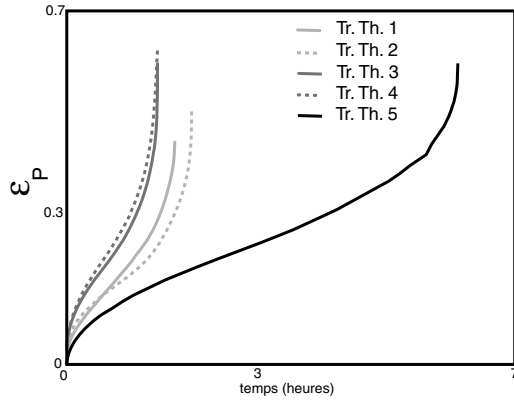


Figure 1.45 – Comparaison d'essais de fluage à 900°C et 35MPa.

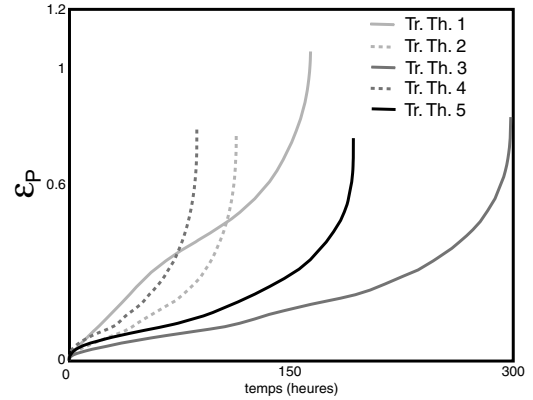


Figure 1.46 – Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 9MPa.

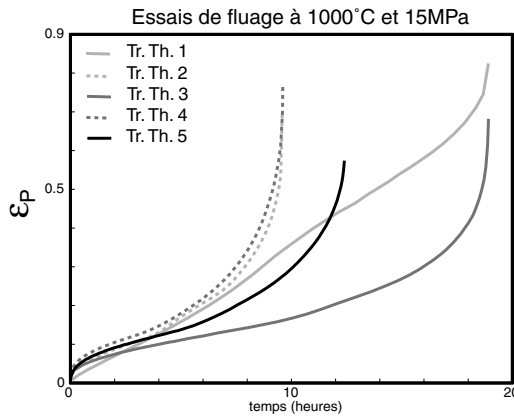


Figure 1.47 – Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 15MPa.

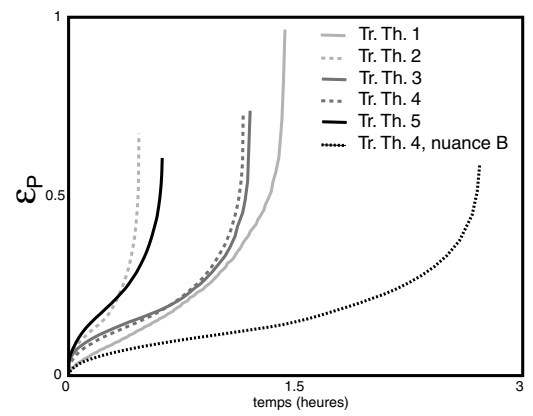


Figure 1.48 – Comparaison d'essais de fluage à 1000°C et 26MPa.

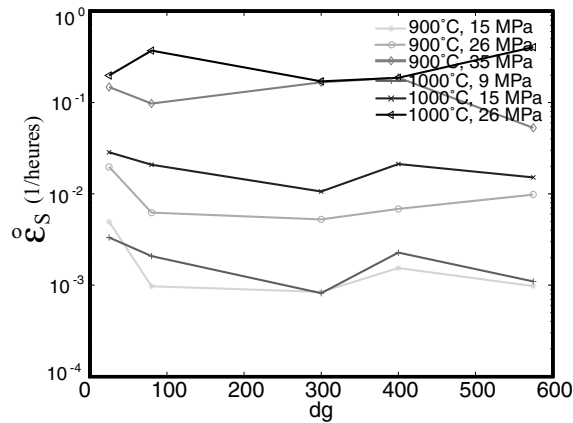


Figure 1.49 – Influence de la taille de grain sur la vitesse de déformation.

l'éprouvette avant la mise en charge mécanique à 1000°C).

En résumé, dans le contexte d'un accident grave, il semble nécessaire de ne pas ignorer l'effet important (mais complexe) de l'histoire thermique subie par le ma-

tériau, sur son comportement viscoplastique (quelle que soit la nuance) et sur les mécanismes d'endommagement de certaines nuances (telles que la nuance B).

1.4 Analyse probabiliste des essais de fluage

1.4.1 Base de données expérimentale en fluage

Les études réalisées avant celle-ci et présentées dans les paragraphes précédents ont mise en évidence que l'acier 16MND5 utilisé pour construire les cuves du parc français des REP peut d'une cuve à l'autre présenter des différences importantes de comportement et d'endommagement dans le domaine des hautes températures susceptible d'être atteint lors d'un accident grave. Cette variabilité du matériau peut être liée à des provenances d'acier et des histoires thermiques avant essai différentes.

Le comportement et l'endommagement à haute température d'une seule nuance de cet acier, la nuance repérée A, ont été modélisés et identifiés au cours de travaux antérieurs à cette étude. Ce modèle, décrit ci-dessus, est disponible dans Cast3M et déjà utilisé au CEA Saclay mais ne prend donc pas en compte l'aspect variable du comportement de cet acier.

La première étude développée ci-après a donc pour but de tenter d'étendre le domaine de validité de ce modèle, en terme d'applicabilité à différentes nuances et histoires thermiques. La démarche utilisée consiste à considérer une partie de la base de données expérimentale en fluage disponible sur ce matériau comme purement aléatoire, et à tenter de caractériser cette variabilité globale par une certaine distribution des valeurs de l'un des paramètres d'état utilisés dans ce modèle.

Dans les tableaux 1.7 et 1.8, nous présentons la base de données en fluage disponible pour les nuances A, B et C d'acier 16MND5. Ces différents essais proviennent des études [GBM⁺99] [Ses98] [BCL99] [GV02].

Température(°C)	Contrainte (MPa)	Matériau
800	18;25;43;65	nuance A
800	18;20(*2);25(*2);50(*2)	nuance C
900	13;20;28;35	nuance A
900	13;25	nuance B
900	13(*2);20;28(*2)	nuance C
1000	9.5;15.1;17.1;26	nuance A
1000	17	nuance B
1000	10(*2);15;20(*2)	nuance C
1100	4;5.5;9;16	nuance A
1100	5.5;9	nuance C
1200	2.4;3;4.5;9	nuance A
1300	0.8;1.5;2.4;3;4	nuance A
1100	3	nuance C

Tableau 1.7 – Essais de fluage après une mise en température standard : $t_{chauffage} = 3$ ou 4 heures, $t_{maintien} = 4$ à 10 heures.

Température(°C)	Contrainte (MPa)	Taille de grain (μm)	Matériau
900	15	25;80;300;400;575	nuance A
900	26	25;80;300;400;575	nuance A
900	35	25;80;300;400;575	nuance A
1000	9	25;80;300;400;575	nuance A
1000	15	25;80;300;400;575	nuance A
1000	26	25;80;300;400;575	nuance A
1000	26	400	nuance B

Tableau 1.8 – Essais de fluage après un pré-traitement thermique ayant pour but de fixer la taille de grain.

Pour la suite, nous prendrons les notations données sur la Figure 1.50 pour définir les temps et déformations caractéristiques d'un essai de fluage.

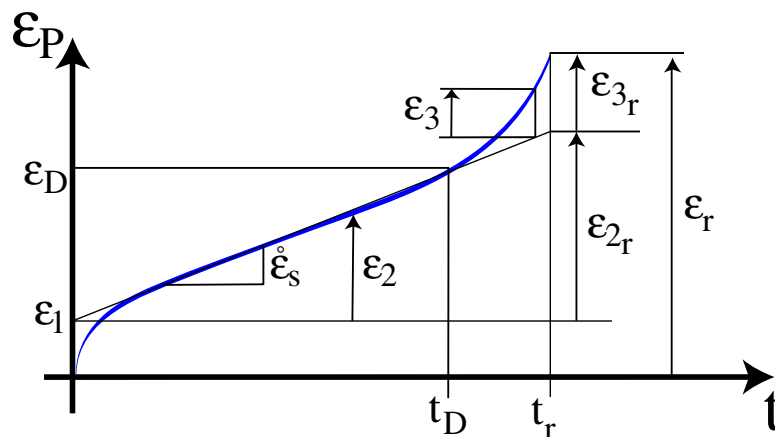


Figure 1.50 – Notations des grandeurs caractéristiques d'une courbe de fluage.

La vitesse de fluage secondaire $\dot{\epsilon}_s$ ou encore la dérivée au point d'inflexion de la courbe, est définie comme étant le minimum de la vitesse de déformation plastique au cours de l'essai. Le point de coordonnées $(t_D; \epsilon_D)$ correspond à la fin du fluage secondaire, début de fluage tertiaire. Le paramètre ϵ_D est appelé conventionnellement seuil d'endommagement. Les déformations d'endommagement ϵ_3 correspondent à la différence des déformations visco-plastiques ϵ_P totales et des déformations du matériau supposé non endommagé $\epsilon_2 = \epsilon_1 + t \cdot \dot{\epsilon}_s$. L'indice r correspond aux déformations et au temps à l'instant de la rupture.

1.4.2 Quantification de la variabilité du comportement en fluage [VBH03a]

Tous les essais de fluage furent réalisés au CEA Grenoble dans le même laboratoire, ce qui limite l'incertitude sur les résultats due aux changements des moyens expérimentaux ou d'éprouvettes. Nous représentons sur la Figure 1.51 tous les résultats des essais de fluage dans un même repère ($\epsilon_p; \frac{\text{temps}}{\text{temps}_{rupture}}$). Dans ce repère, en

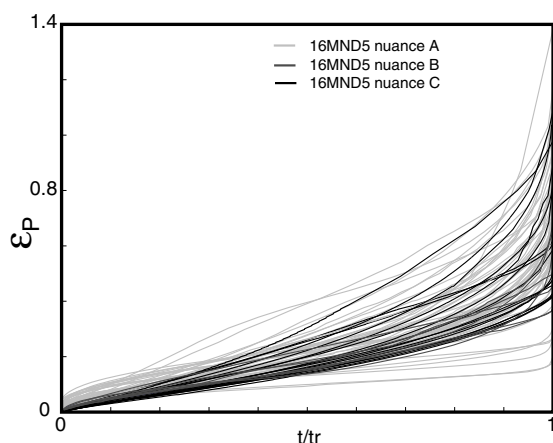


Figure 1.51 – Ensemble des essais de fluage de 800 à 1300°C.

prenant quelques précautions sur le nombre de points par essai, nous avons calculé et représenté en Figure 1.52 et 1.53, la moyenne m , puis l'écart-type σ et le coefficient de variation $\frac{\sigma}{m}$ de tous les essais. La valeur importante du coefficient de variation

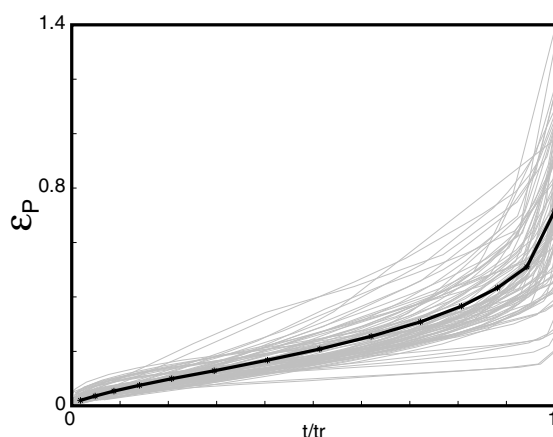


Figure 1.52 – Moyenne des essais de fluage de 800 à 1300°C.

(≥ 0.4) montre la grande dispersion de la réponse en fluage du 16MND5 pour les températures comprises entre 800 à 1300°C.

Pour chaque essai, nous avons identifié la vitesse de fluage secondaire $\dot{\epsilon}_S$ et le temps à rupture. Le résultat est illustré par les Figures 1.54 et 1.55. Il apparaît difficile d'identifier pour ces deux grandeurs caractéristiques en fluage une droite de

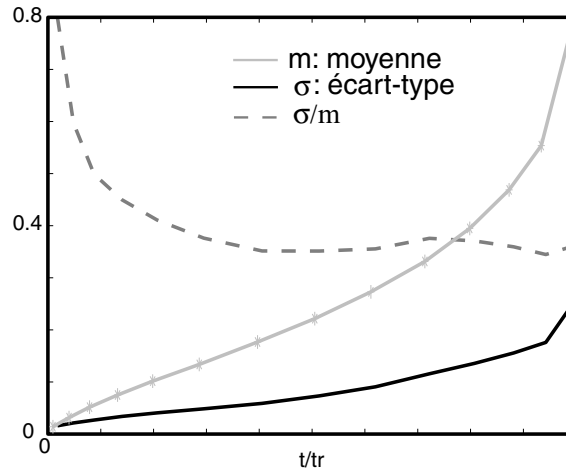


Figure 1.53 – Moyenne, écart-type et coefficient de variation des essais de fluage de 800 à 1300°C.

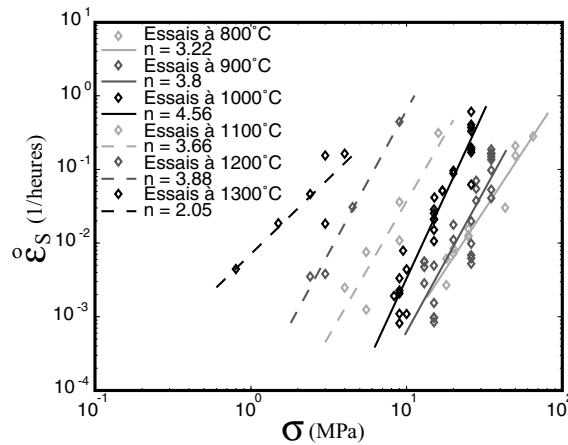


Figure 1.54 – Vitesse de déformation des essais de fluage de 800 à 1300°C.

régression pour chaque température : certains points s'éloignent considérablement de la tendance. Toutes ces courbes prouvent une fois de plus la grande dispersion de la réponse en fluage du 16MND5.

Pour chaque essai, nous avons déterminé la déformation de début de fluage tertiaire ou seuil conventionnel d'endommagement ϵ_D . Nous en représentons l'histogramme sur la Figure 1.56. Pour cela, nous avons filtré la courbe expérimentale déformation-temps puis calculé sa dérivée. Le minimum de cette dérivée (point d'inflexion de la courbe de fluage) définit $\dot{\epsilon}_S$ et le point $(t_D; \epsilon_D)$ a été défini arbitrairement comme étant le point à partir duquel $\dot{\epsilon} \geq 1.20\dot{\epsilon}_S$. Notons que l'histogramme est assez resserré (0.1 à 0.3) sauf pour 4 essais pour lesquels $\epsilon_D \in [0.36; 0.54]$.

Pour chaque essai de fluage, nous avons identifié les déformations d'endommagement ϵ_3 . Pour les comparer, nous les avons tracées dans le plan normé $\left(\frac{t}{t_r}, \epsilon_3\right)$, représenté en Figure 1.57.

Sur cette figure, nous pouvons constater que l'évolution des déformations d'en-

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

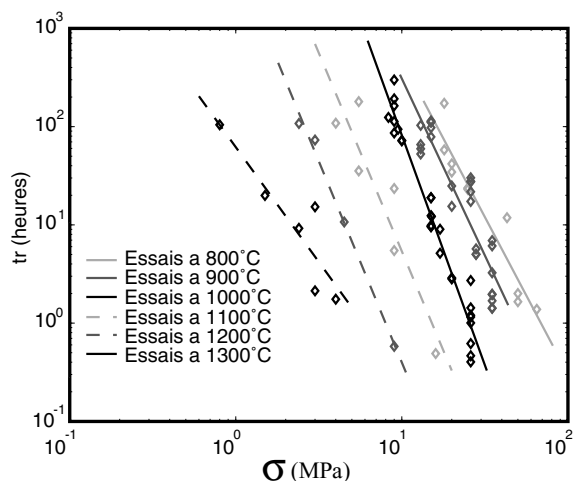


Figure 1.55 – Temps à rupture des essais de fluage de 800 à 1300°C.

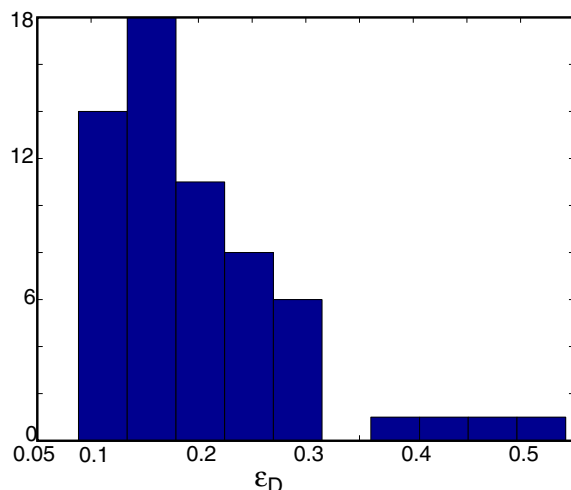


Figure 1.56 – Histogramme du seuil des déformations ϵ_D lors des essais de fluage de 800 à 1300°C.

dommagement est très variable selon l'essai. De plus, nous avons identifié et représenté sur la figure 1.58 l'histogramme des déformations d'endommagement à rupture ϵ_{3r} . L'histogramme assez étalé de cette grandeur est un indicateur des différences de ductilité entre les nuances d'acier. Pour deux des trois nuances d'acier, qui présentent une fragilité à 900 et 1000°C caractérisé par un domaine de fluage tertiaire très court, les déformations d'endommagement à rupture ϵ_{3r} sont faibles. Toutes les figures présentées dans ce paragraphe, sans se soucier de la provenance du 16MND5, de l'histoire thermique ni des niveaux de température et de contrainte qu'il a subi, montrent la grande dispersion du comportement en fluage du 16MND5 dans le domaine austénitique. Dans la suite, nous avons cherché à identifier un paramètre aléatoire permettant de décrire la variabilité d'une partie de ces résultats d'essai.

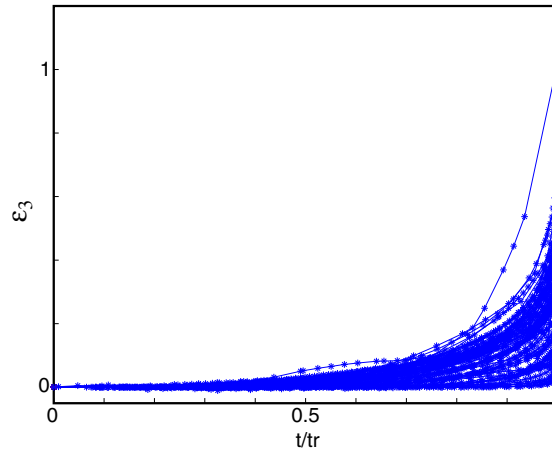


Figure 1.57 – Représentation des déformations d’endommagement ϵ_3 lors des essais de fluage de 800 à 1300°C, en fonction de $\left(\frac{t}{t_r}\right)$.

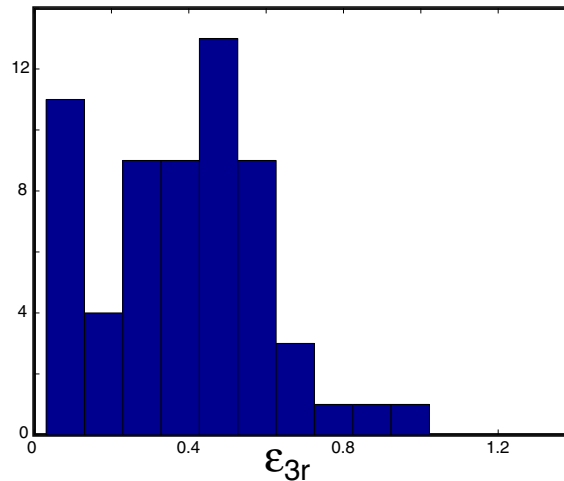


Figure 1.58 – Histogramme des déformations d’endommagement à rupture ϵ_{3r} .

1.4.3 Identification d’un paramètre aléatoire [VBH03b]

1.4.3.1 Loi de comportement viscoplastique à écrouissage multiplicatif couplée à l’endommagement de fluage

Nous avons repris la loi de comportement viscoplastique à écrouissage isotrope multiplicatif couplée à un endommagement isotrope identifiée sur l’acier nuance A et déjà utilisée lors de l’étude menée au SEMT du CEA Saclay [GBM⁺99] [Dev94]. En unidimensionnel ce modèle s’écrit :

$$\sigma = K(1 - D)^{\frac{N+1}{N}} \epsilon_p^{1/M} \dot{\epsilon}_p^{1/N} \quad (1.8)$$

où σ , ϵ_p et D représentent respectivement la contrainte, la déformation plastique et l’endommagement, K , M et N étant des coefficients dépendant du matériau et de

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

la température. La loi d'endommagement de fluage est celle de Kachanov [Lem96] :

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma}{A(1-D)} \right)^r H(\epsilon_p - \epsilon_D) \quad (1.9)$$

$$D_0 = D(t = t_D) \quad (1.10)$$

où A , r et ϵ_p^D sont des coefficients dépendant du matériau et de la température et où $H(\cdot)$ représente la fonction de Heaviside telle que $H(x) = 1$ si $x > 0$ et $H(x) = 0$ si $x \leq 0$.

Nous avons fait les hypothèses suivantes :

- le comportement viscoplastique est déterministe ;
- seul l'endommagement présente un caractère aléatoire ;
- la loi d'évolution de l'endommagement est déterministe mais la variabilité initiale du matériau peut être modélisée par une distribution d'endommagement initial D_0 .

1.4.3.2 Représentation unique des essais de fluage

Pour cette partie, nous avons utilisé les 24 essais de fluage réalisés de 800 à 1300°C sur la nuance A: 4 essais pour 4 niveaux de contrainte différents à chaque température, aucun essai n'ayant été répété. Avant la mise en charge, toutes les éprouvettes ont subi les mêmes conditions de chauffage (Figure 1.26). Afin de pouvoir faire un traitement probabiliste de ces essais de fluage, nous présentons les résultats de ces essais dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right)$. Cette représentation, donnée en Figure 1.59, permet d'exploiter l'ensemble des essais pour des temps à rupture très différents (de 1 à 100 heures) et des déformations à rupture voisines (de 65 à 140 %) pour cette nuance. Dans cette représentation, il est important de constater qu'aucune

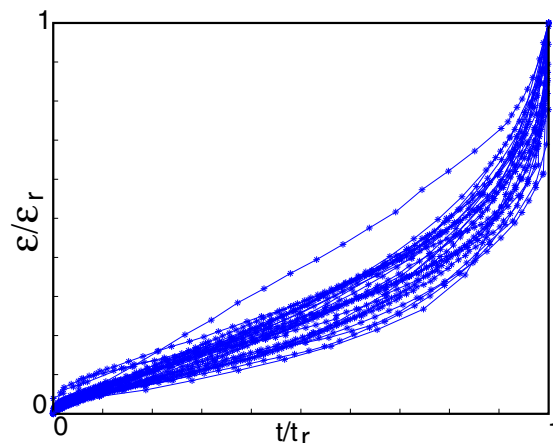


Figure 1.59 – Représentation unique des essais de fluage de 800 à 1300°C.

corrélation n'apparaît (à $\frac{t}{t_r}$ fixé) entre $\frac{\epsilon}{\epsilon_r}$ et les conditions d'essais (température et contrainte sur la figure 1.60) ou les résultats d'essai (temps, déformation à rupture).

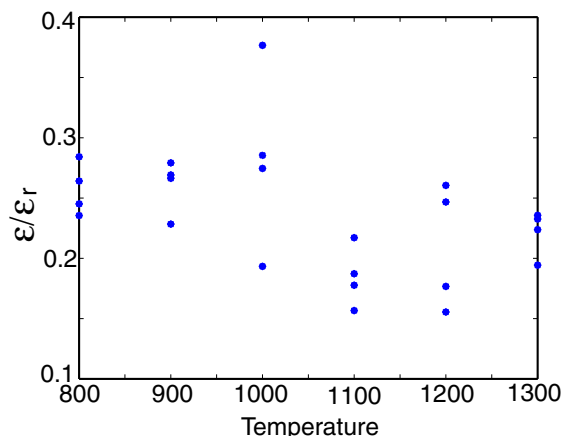


Figure 1.60 – Absence de corrélation entre $\frac{\epsilon}{\epsilon_r}$ et la température pour $\frac{t}{t_r} = 0.5$.

Cependant, cette représentation a a priori un gros inconvénient. La position des points d'un essai de fluage dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right)$ dépend évidemment de la précision des valeurs et donc de l'identification de t_r et de ϵ_r . La précision de mesure de t_r est satisfaisante puisque une erreur de mesure de quelques secondes sur le temps à rupture pour des essais de plusieurs heures donne une précision bien supérieure à 1%. Cependant, la précision de mesure de ϵ_r est nettement moins bonne. Le calcul des déformations est réalisé à partir de la mesure du déplacement des têtes de l'éprouvette par la relation $\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0 + \Delta l}$, Δl étant le déplacement des têtes d'éprouvettes et l_0 la longueur utile initiale de l'éprouvette. Il semble difficile d'avoir une bonne précision du déplacement lorsque l'éprouvette casse et de plus les éprouvettes présentent des strictions importantes à rupture et donc des déformations hétérogènes le long de l'éprouvette. Tout ceci conduit à rester très prudent quant à la valeur de la déformation à rupture obtenue.

Néanmoins, nous avons utilisé cette représentation pour quantifier la variabilité de ces résultats d'essai en calculant la moyenne m et l'écart type σ de $\frac{\epsilon}{\epsilon_r}$ donnés en fonction de $\frac{t}{t_r}$ sur la Figure 1.61. Il est intéressant de constater que, pour ces essais, le coefficient de variation $\frac{\sigma}{m}$ reste quasiment constant et égal à 0,2 pour $\frac{t}{t_r}$ appartenant à $[0,2;0,8]$. Ce résultat est remarquable et très différent de la constatation faite en mélangeant tous les résultats d'essai comme sur la Figure 1.53. La représentation dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right)$ des résultats d'essais de fluage sur un matériau apparaît donc intéressante pour identifier le caractère aléatoire de son comportement, bien que la valeur de ϵ_r puisse être entachée d'erreur.

1.4.3.3 Distribution d'endommagement initiale D_0

En considérant en première approximation que la contrainte σ reste constante au cours de l'essai (ce qui est faux puisque les essais se font à effort constant) et que $D(t=0) = D_0$, $\epsilon_D = 0$, $D(t=t_r) = D_r$, l'intégration dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right)$ de la loi

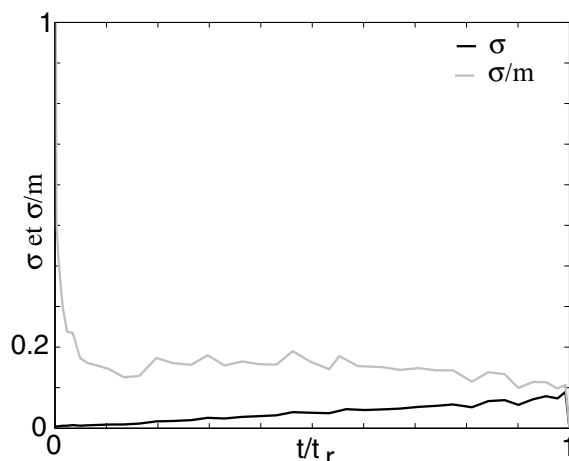


Figure 1.61 – *Ecart-type (σ) et coefficient de variation ($\frac{\sigma}{m}$) des essais de fluage.*

de comportement couplée à l'endommagement (1.8) (1.9) donne

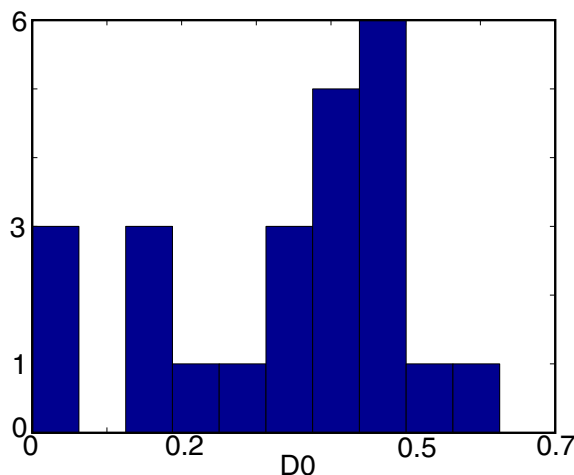
$$\frac{\epsilon}{\epsilon_r} = \frac{\left(1 - \left(1 - \left(1 - \left(\frac{1-D_r}{1-D_0}\right)^{r+1}\right) \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{r-N}{r+1}}\right)^{\frac{M}{N+M}}}{\left(1 - \left(\frac{1-D_r}{1-D_0}\right)^{r+N}\right)^{\frac{M}{N+M}}} \quad (1.11)$$

Avec les hypothèses faites nous pouvons noter que seuls les paramètres N , M , r , D_0 et D_r interviennent et que D_r doit être différent de 1 si nous voulons garder une dépendance en D_0 . Les paramètres de la loi de comportement couplée (1.8) (1.9), N , M et r , identifiés à partir des essais discutés ici [NCC97], dépendent très peu de la température sur la plage [700°C; 1300°C]. Lors de l'identification, nous avons donc supposé (1.11) que ces paramètres et D_r étaient constants afin que seul D_0 soit considéré variable d'un essai à l'autre.

Une étude de sensibilité permet de montrer que lorsque D_0 augmente, la valeur de $\frac{\epsilon}{\epsilon_r}$ dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right)$ augmente également. Ainsi, nous avons identifié N , M et r sur la courbe la plus basse en supposant $D_0 = 0$ et en donnant une valeur arbitraire à D_r , puis nous avons identifié D_0 sur toutes les autres courbes de fluage. La distribution d'endommagement initial ainsi obtenue est donnée en Figure 1.62.

Cette distribution d'endommagement initial n'apparaît pas réaliste, les valeurs identifiées étant beaucoup trop grandes et directement fonction de la valeur de D_r choisie, ce qui est dû à la normalisation des déformations par ϵ_r . L'étude de sensibilité de la réponse de l'équation 1.11 ne permet donc pas d'expliquer par des petites variations de D_0 la dispersion des résultats d'essai observée sur la Figure 1.59.

Une autre solution pour tenter de modéliser cette dispersion par une dispersion des valeurs des variables du modèle serait de ne pas normer les déformations par ϵ_r . La réponse dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \epsilon\right)$ de la loi de comportement couplée à l'endommage-

Figure 1.62 – *Distribution d'endommagement initial.*

ment (1.8) (1.9), en considérant que la contrainte reste constante et $\epsilon_D = 0$, donne alors :

$$\epsilon = \left(\frac{N + M}{M} \frac{\sigma^{N-r}}{K^N} \frac{A^r (1 - D_0)^{r-N}}{r - N} \left(1 - \left(1 - \frac{t}{t_r} \right)^{\frac{r-N}{r+1}} \right) \right)^{\frac{M}{N+M}} \quad (1.12)$$

Il faut alors identifier l'ensemble des paramètres K, M, N, A, r, D_r et D_0 , ce qui apparaît a priori beaucoup plus difficile, d'autant plus que K et A dépendent de la température.

Dans cette étude simpliste, sur une partie des essais de fluage, nous avons cherché à identifier un paramètre aléatoire permettant de rendre compte des dispersions sur le comportement en fluage de l'acier 16MND5. Les trop nombreuses hypothèses faites et la représentation unique des essais de fluage dans le plan $\left(\frac{t}{t_r}, \frac{\epsilon}{\epsilon_r} \right)$ -où la température et la contrainte n'interviennent pas- ne nous ont pas permis d'identifier un paramètre aléatoire réaliste. Après cet échec, nous avons donc abandonné cette démarche et adopté une autre approche développée dans les chapitres suivants de ce mémoire.

1.5 Conclusions : objectifs de cette étude

Dans ce chapitre, nous avons présenté le contexte de l'étude:

- la structure : la cuve des réacteurs à eau pressurisée ;
- le chargement thermo-mécanique en conditions accidentelles ;
- le matériau : l'acier 16MND5 ;
- les études antérieures sur la simulation de la rupture des cuves en cas d'accidents.

Nous avons par ailleurs présenté la variabilité importante du comportement et des mécanismes d'endommagement du matériau 16MND5 pour des températures supérieures ou égales à 900°C ainsi que les différentes causes de cette variabilité :

1. Le comportement des cuves de Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) en conditions accidentelles

composition chimique variable d'une cuve à l'autre et, dans une moindre mesure, variable à l'intérieur d'une même cuve, sensibilité aux chargements thermiques subis. Nous avons également noté que des différences de modes de rupture ont également été observés lors d'essais sur structures.

Sur une partie de la base de données en fluage disponible, nous avons cherché à identifier à l'aide d'une loi de comportement connue un paramètre aléatoire permettant d'expliquer la dispersion de comportement du matériau. Cette approche phénoménologique qui ne fait pas apparaître explicitement l'influence de la microstructure ne semble pas prometteuse.

Cependant, l'objectif de cette étude est de participer à la mise en place d'outils permettant de prédire la ruine ou la déchirure des cuves de centrale nucléaire en conditions accidentelles. Compte tenu de l'aspect aléatoire du chargement en de telles circonstances (par définition en partie imprévisible) et de l'aspect aléatoire du comportement du matériau, il apparaît nécessaire d'introduire une dimension stochastique dans ces outils. Nous nous proposons donc de le faire tout d'abord en tentant d'identifier à partir d'une étude métallurgique, décrite dans le Chapitre 2 de ce mémoire, les aspects déterministes ou aléatoires du comportement du matériau et, plus précisément, les paramètres de microstructure à l'origine des différences de comportement et d'endommagement observées.

Le développement, l'identification et la mise en oeuvre numérique dans le code de calcul par éléments finis Cast3M [Cas] d'un modèle exploitant les résultats de cette étude métallurgique sont présentés dans le Chapitre 3. Finalement, une procédure, schématisée par la Figure 1.63 et permettant de prendre en compte les aléas liés au chargement et au matériau est proposée dans le Chapitre 5.

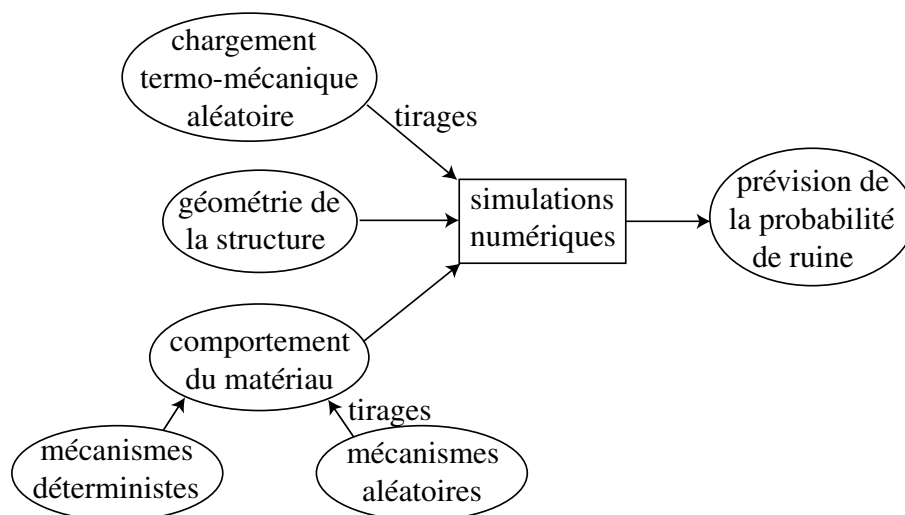


Figure 1.63 – Calcul d'une cuve en cas d'accident grave.

Chapitre 2

Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

Sommaire

2.1	Introduction	44
2.2	Analyse chimique des deux nuances	45
2.3	Analyse de la remise en solution des éléments d'alliage	46
2.3.1	Présentation de la campagne expérimentale	46
2.3.1.1	Traitements thermiques réalisés	46
2.3.1.2	Géométrie et prélèvement des éprouvettes	48
2.3.2	Résultats des mesures de PTE	48
2.3.2.1	Influence de la position et de l'orientation de prélèvement	48
2.3.2.2	Valeur du PTE à l'état de réception	50
2.3.2.3	Influence des traitements thermiques	51
2.3.2.4	Décarburation	52
2.3.3	Résultats des mesures de dureté	54
2.4	Cinétique de croissance des grains austénitiques	56
2.4.1	Revue bibliographique	56
2.4.1.1	Modèles de croissance de grain	56
2.4.1.2	Résultats expérimentaux obtenus sur l'acier 16MND5	58
2.4.2	Résultats acquis au cours de cette étude	60
2.4.3	Proposition et identification d'une loi phénoménologique de croissance des grains	62
2.5	Carte des mécanismes d'endommagement	65
2.6	Conclusions	69

2.1 Introduction

Cette étude se place dans le cadre général de différents travaux ayant pour but final d'analyser la tenue mécanique des cuves de réacteur à eau pressurisée en cas d'accident grave. Quel que soit le scénario d'accident grave envisagé, ce concept fait référence à des sollicitations thermo-mécaniques extrêmes et en particulier à des températures supérieures à la température d'austénitisation de l'acier 16MND5 constituant ces cuves. Or il est désormais connu (cf. le Chapitre 1 de ce mémoire) que le comportement mécanique et en particulier la dégradation de ce matériau à ces températures présente une variabilité -qu'on peut craindre importante, au vu des comparaisons qui ont été faites entre les deux nuances A et B les plus étudiées à ce jour-.

Il convient de noter que cette variabilité du comportement de l'acier 16MND5 à ces températures extrêmes n'est pas corrélée à son comportement -bien connu et similaire pour toutes les nuances- en conditions de service normales. Il est donc légitime d'envisager introduire un aspect stochastique lié à cette variabilité du matériau lors de l'analyse de la ruine en conditions accidentelles d'une cuve de réacteur à eau pressurisée donnée, dont le matériau constitutif n'est pas préalablement identifié avec précision -en terme de comportement à très haute température-.

Dans ce contexte, le comportement et la dégradation du matériau peuvent être considérés comme la réponse globale d'un système obtenu par assemblage complexe de nombreux éléments dont la réponse élémentaire est fortement non-linéaire. Rajouter une dimension aléatoire à la réponse du système complet peut être envisagée en bruitant la réponse de chaque sous-système, autrement dit en considérant que chaque paramètre matériau du modèle de comportement endommagé choisi est aléatoire. Cette démarche étant peu satisfaisante scientifiquement et sans doute peu efficace lors d'une démarche prédictive, nous avons tenté d'isoler la(les) sous-système(s) dont la réponse est véritablement aléatoire, autrement dit la(les) cause(s) physique(s) de la variabilité du comportement et des mécanismes de dégradation à haute température du matériau 16MND5.

Cette démarche nous a donc conduit à réaliser au Service de Recherche en Métallurgie Appliquée du CEA Saclay une étude métallurgique fine des nuances A et B de l'acier 16MND5 afin d'isoler la(les) variable(s) microstructurale(s) qui permette(nt) de différencier ces deux nuances. Il convient cependant de souligner que l'objectif final n'était pas d'étudier un phénomène à l'échelle microscopique mais de modéliser le comportement mécanique de la famille d'acier 16MND5 à l'échelle macroscopique en le couplant à un phénomène métallurgique observable.

Nous avons ainsi effectué différentes mesures que nous espérons discriminantes et corrélées aux différences de comportement mécanique des deux nuances A et B entre 900 et 1100°C :

- les analyses de composition chimique font l'objet du premier paragraphe ;
- le paragraphe suivant est consacré à des mesures de Pouvoir Thermo Electric (PTE) et de dureté réalisées sur différents états obtenus grâce à différentes cinétiques de traitements thermiques, l'objectif étant de caractériser la remise en solution du carbone et des éléments d'alliage en phase austénitique ;

- le troisième paragraphe est consacré à l'identification de l'évolution de la taille du grain en phase austénitique à partir des essais réalisés au cours de cette étude et d'une partie des résultats disponibles au début de cette étude.

L'ensemble des résultats ainsi obtenus et commentés permet d'isoler le rôle majeur de la cinétique de croissance du grain austénitique et d'établir une carte des mécanismes d'endommagement à haute température de ces deux nuances de 16MND5. Cette carte, présentée en fin de ce chapitre, repose sur la mise en évidence qu'une taille de grain limite peut être utilisée comme indicateur de l'état microstructural du matériau qui contrôle à la fois la croissance de grain et l'endommagement intergranulaire. L'effet de la taille de grain courante sur le comportement viscoplastique est également mis en évidence. L'identification qualitative de ces deux variables d'état microstructurales et de leur couplages avec le comportement mécanique sert de guide au développement de la loi de comportement multimécanisme proposée et identifiée dans le Chapitre 3 de ce mémoire. Les variables de microstructure discriminantes ainsi isolées servent également de base à l'approche probabiliste proposée dans le Chapitre 5.

2.2 Analyse chimique des deux nuances

Le matériau utilisé dans le cadre de cette étude a été prélevé dans des échantillons issus de deux viroles en 16MND5 de nuance A ou B (cf. Figures 2.1 et 2.2).



Figure 2.1 – *Echantillon de 16MND5 ayant servi aux prélèvements des éprouvettes de nuance A.*



Figure 2.2 – *Echantillon de 16MND5 ayant servi aux prélèvements des éprouvettes de nuance B.*

Nous avons souligné au chapitre précédent que des différences de composition peuvent exister au sein d'une même virole. C'est pourquoi, nous avons préféré doser les éléments chimiques suivants C, Si, Mn, S, P, Ni, Cr, Mo, Al, O et N sur les éprouvettes que nous avons utilisées lors de cette étude. Le dosage a été réalisé par un laboratoire extérieur indépendant (voir en Annexe B). Le résultat des analyses et la comparaison avec les compositions chimiques données par les procès-verbaux des fabricants des viroles sont rassemblés dans le tableau 2.1.

Il n'y a pas de différence significative entre la composition chimique de nos éprouvettes et la composition chimique donnée par les fabricants de viroles. Par ailleurs, les faibles différences de composition chimique existant entre les deux nuances ne

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

	C	Mn	Ni	Mo	Cr	Si	P	S	Al	O	N
Eprouvettes nuance A	0.167	1.49	0.84	0.52	0.20	0.29	0.007	≤ 0.003	0.034	0.0014	0.005
16MND5 nuance A (PV)	0.17	1.44	0.75	0.51	0.20	0.25	0.004	0.002	0.029	-	0.0021
Eprouvettes nuance B	0.160	1.35	0.74	0.50	0.17	0.17	0.009	0.007	0.029	0.0013	0.0020
16MND5 nuance B (PV)	0.16	1.31	0.76	0.48	0.18	0.15	0.01	0.006	0.030	-	0.0053

Tableau 2.1 – *Dosage des éléments d'alliage sur les deux nuances A et B de 16MND5.*

semblent pas pouvoir expliquer leur différence de comportement à haute température.

2.3 Analyse de la remise en solution des éléments d'alliage

2.3.1 Présentation de la campagne expérimentale

2.3.1.1 Traitements thermiques réalisés

L'intervalle de température pour lequel on observe une différence de comportement mécanique importante entre les deux nuances se situe entre 900 et 1100°C. Ce domaine de température peut correspondre à la dissolution des carbures et à la remise en solution du carbone et des éléments d'alliage dans la phase austénitique. L'objectif de l'étude présentée dans ce paragraphe est donc de rechercher une corrélation entre les différences de comportement mécanique et d'endommagement des deux nuances et une éventuelle différence de cinétique de remise en solution des éléments d'alliage.

Pour caractériser cette cinétique de remise en solution, nous avons réalisé différents traitements thermiques puis utilisé des mesures du Pouvoir Thermo Electrique (PTE) et de la dureté, toutes deux sensibles à la composition du matériau et à l'état des éléments d'alliage qui le composent. Les moyens expérimentaux utilisés sont décrits dans l'annexe B de ce mémoire.

Nous avons réalisé deux types de traitements thermiques sur les deux nuances. Le premier type de traitement, donné en Figure 2.3, a été conçu pour identifier la dissolution des carbures. Nous avons fait varier la vitesse de chauffage (0.1, 1 et 10°C/s), le temps de maintien (2s, 15mn et 45mn) et la température de maintien (900, 950, 1000, 1050 et 1100°C). Toutes les combinaisons n'ont pas été explorées mais 19 traitements thermiques ont été réalisés pour chaque nuance. Après chaque austénitisation, les éprouvettes ont subi une trempe à 150°C/s. Pour cette vitesse de refroidissement, la microstructure obtenue à l'ambiante est 100% martensitique, comme en témoigne le diagramme TRC donné en Annexe A pour l'acier 18MND5 de composition voisine. Par ailleurs une telle vitesse de refroidissement ne laisse pas le temps aux éléments d'alliage dissous lors de l'austénitisation de reprécipiter lors du refroidissement. Ce traitement permet donc de figer -dans la martensite ainsi formée- les éléments d'alliage dans l'état dans lequel ils se trouvent en fin du temps de maintien, viz. dissous ou encore sous forme de précipités. Ces traitements ont été réalisés dans un dilatomètre de trempe avec une atmosphère d'hélium statique ou dynamique.

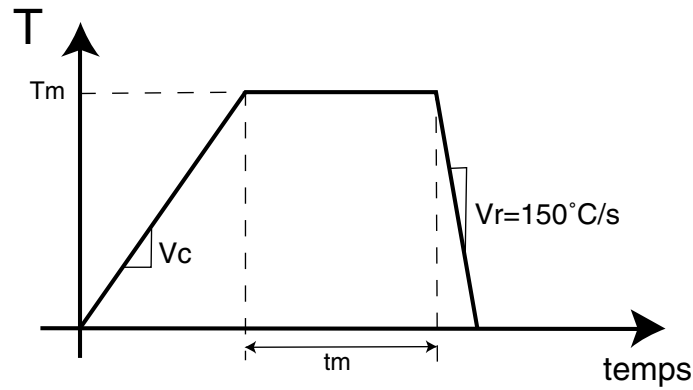


Figure 2.3 – Premier type de traitement thermique appliqué aux éprouvettes de PTE.

Le second type de traitement thermique, donné en Figure 2.4, a été conçu pour obtenir un état de référence suite à la remise en solution en phase austénitique et un refroidissement lent pendant lequel tous les éléments d'alliage reprécipitent. Nous avons réalisé sur chaque nuance 5 traitements thermiques différents correspondant à différents couples température-temps de maintien. Ces traitements ont été réalisés dans un four sous vide secondaire.

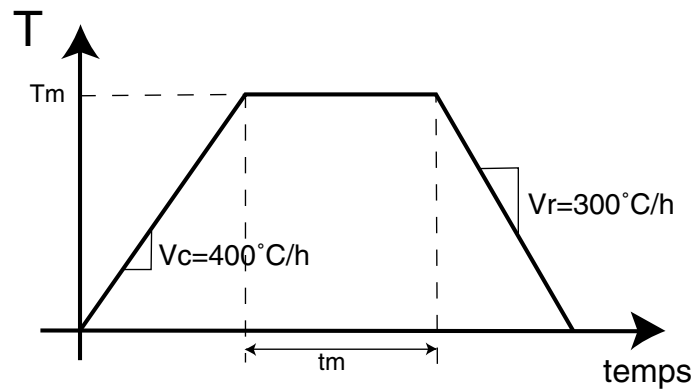


Figure 2.4 – Second type de traitement thermique appliqué aux éprouvettes de PTE.

Tous les traitements thermiques réalisés sur chaque nuance sont consignés dans le tableau 2.2.

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

V_C	T_m (°C)	t_m (mn)	V_R	Commentaires	Atm.
0.1°C/s	900;950;1000;1050;1100	0	150°C/s	Etat martensitique	He
1°C/s	900;950;1000;1050;1100	0	150°C/s	Etat martensitique	He
10°C/s	900;950;1000;1050;1100	0	150°C/s	Etat martensitique	He
1°C/s	1000;1100	15	150°C/s	Etat martensitique	He
1°C/s	1000;1100	45	150°C/s	Etat martensitique	He
400°C/h	900;1000;1100	30	300°C/h	Etat de référence 1	vide sec
400°C/h	1000	600	300°C/h	Etat de référence 2	vide sec
400°C/h	1100	300	300°C/h	Etat de référence 2	vide sec

Tableau 2.2 – Ensemble des traitements thermiques réalisés sur chaque nuance.

2.3.1.2 Géométrie et prélèvement des éprouvettes

La géométrie parallélépipédique des éprouvettes a été choisie compatible avec le dilatomètre de trempe (présenté en annexe B, Figure B.6) et le PTEmètre (présenté en annexe B, Figure B.8). Cette géométrie est donnée en Figure 2.5. Quelques éprouvettes d'épaisseur différente (0.5, 1 et 3mm) ont également été réalisées et testées.

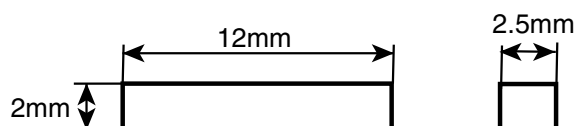


Figure 2.5 – Géométrie des éprouvettes de PTE.

Nous avons prélevé 42 éprouvettes dans l'échantillon de nuance A (Figure 2.1) et 81 dans l'échantillon de nuance B (Figure 2.2).

Ces éprouvettes ont été prélevées par découpe au fil à des endroits et des orientations bien repérés. Ainsi, nous avons prélevé les éprouvettes dans la direction du rayon de la virole et à différentes positions dans l'épaisseur de la cuve : en peau interne, à quart-, demi- et trois-quart-épaisseur, et en peau externe. De plus, pour la nuance B, à quart- et demi-épaisseur, nous avons fait varier l'orientation de prélèvement dans deux directions (à 45 et 90° de la direction radiale de la virole) dans deux plans perpendiculaires contenant la direction radiale de la virole. Le schéma de prélèvement est représenté sur la Figure 2.6.

2.3.2 Résultats des mesures de PTE

2.3.2.1 Influence de la position et de l'orientation de prélèvement

Nous avons étudié l'influence de la position de prélèvement sur la mesure de PTE pour les éprouvettes non traitées thermiquement. Les résultats obtenus pour les deux nuances et pour des éprouvettes prélevées radialement à l'axe de la cuve (Figure 2.6) en peau interne, au quart de l'épaisseur, à demi-épaisseur, au trois-quart de l'épaisseur et en peau externe, sont rassemblés en Figures 2.7 et 2.8. Chaque

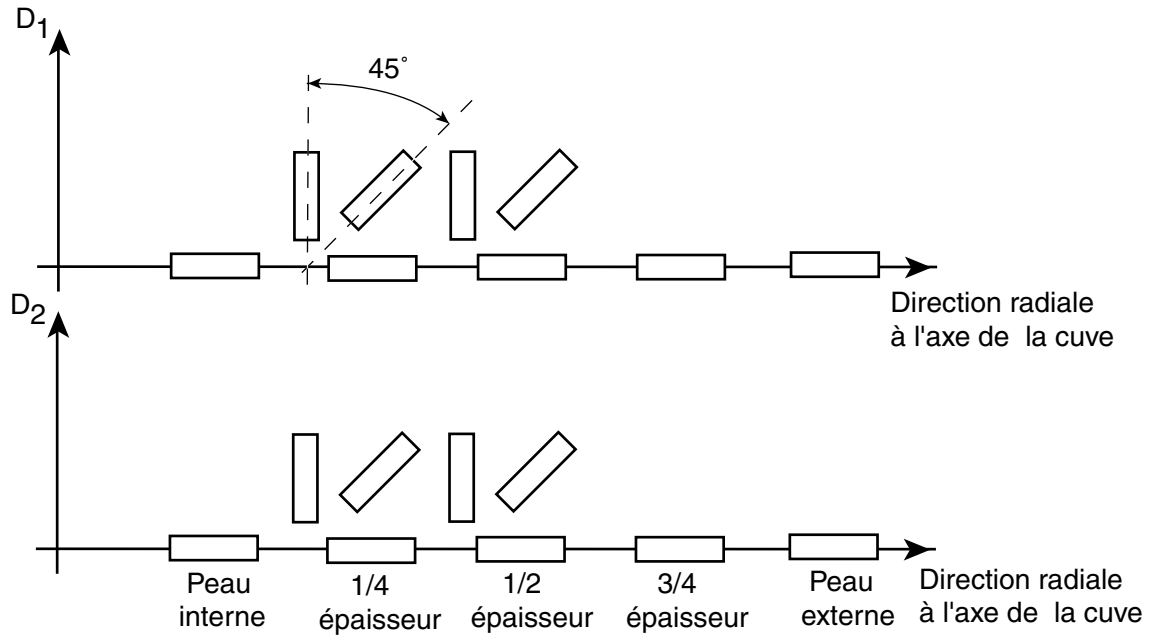


Figure 2.6 – Schéma de prélèvement des éprouvettes de PTE.

point correspond à la mesure du PTE de 3 éprouvettes (la mesure du PTE d'une éprouvette correspondant à la mesure pour les 4 possibilités de mise en position).

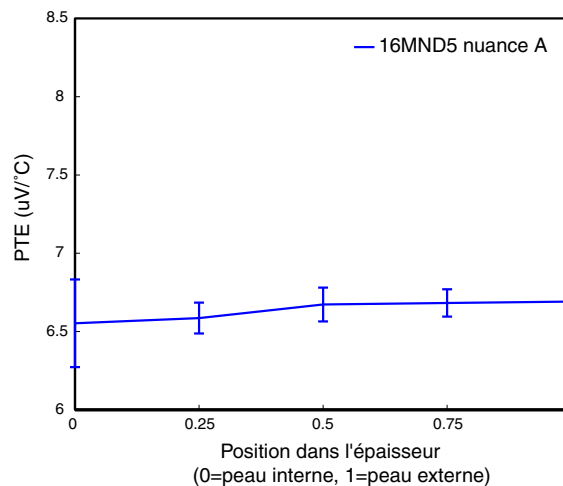


Figure 2.7 – Influence sur la mesure du PTE de la position de prélèvement dans l'épaisseur pour la nuance A.

Les résultats obtenus pour la nuance B et pour des éprouvettes prélevées dans trois orientations différentes au quart- et à demi-épaisseur sont rassemblés en Figure 2.9. Chaque point correspond à la mesure du PTE d'une éprouvette.

L'incertitude de mesure du PTE est au plus de $1/10 \mu V/^\circ C$. Les écarts de mesure constatés sur les Figures 2.7, 2.8 et 2.9 prouvent que la position et l'orientation de prélèvement des éprouvettes est sans influence sur la mesure du PTE.

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

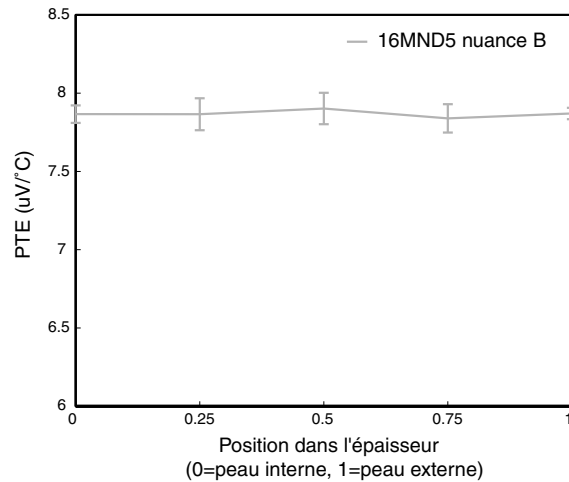


Figure 2.8 – Influence sur la mesure du PTE de la position de prélèvement dans l'épaisseur pour la nuance B.

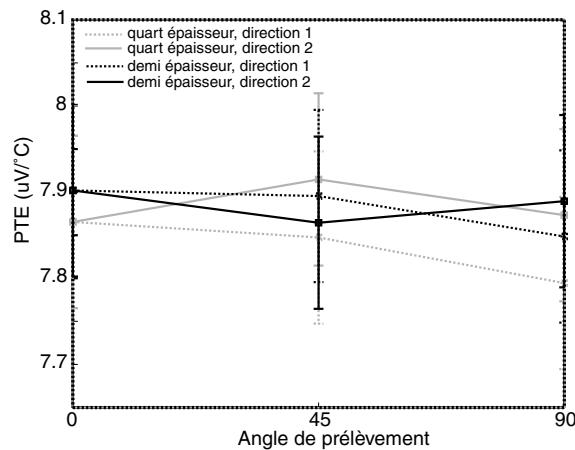


Figure 2.9 – Influence sur la mesure du PTE de l'orientation de prélèvement pour la nuance B.

En revanche, une étude réalisée dans le cadre de ce travail et présentée en Annexe B montre que la mesure de PTE est sensible à l'épaisseur, ce qui confirme que des mesures comparatives de PTE doivent être faites sur des éprouvettes de même épaisseur.

2.3.2.2 Valeur du PTE à l'état de réception

Les Figures 2.7 et 2.8 permettent d'identifier un écart entre le PTE des deux nuances A et B à l'état perlito-bainitique de réception tel que

$$PTE_{\text{nuance B}}^{\text{réception}} \simeq PTE_{\text{nuance A}}^{\text{réception}} + 1,2 \quad (2.1)$$

2.3.2.3 Influence des traitements thermiques

Tous les résultats des mesures de PTE obtenus pour les deux nuances après chacun des traitements thermiques décrits dans le tableau 2.2 (toutes les éprouvettes ayant été prélevées au quart de l'épaisseur de la virole pour les deux nuances) sont rassemblés sur les Figures 2.10 et 2.11.

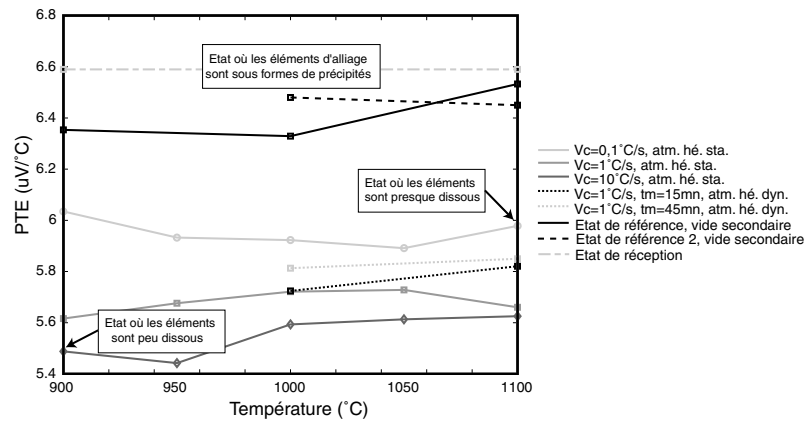


Figure 2.10 – Evolution du PTE en fonction des conditions d'austénitisation pour la nuance A.

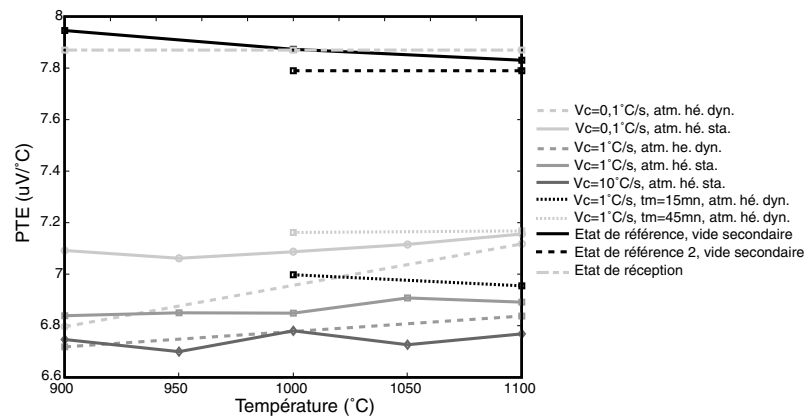


Figure 2.11 – Evolution du PTE en fonction des conditions d'austénitisation pour la nuance B.

Les traitements thermiques de second type (voir la Figure 2.4) ont permis d'obtenir les états de référence 1 et 2. Sur les Figures 2.10 et 2.11, nous pouvons constater que les valeurs de PTE sont très semblables pour les états de référence et les états de réception (c'est à dire sans traitement thermique). La quasi totalité des éléments d'alliage sont donc sous forme de précipités à l'état de réception comme après un traitement d'austénitisation assez long suivi d'un refroidissement lent.

Par ailleurs, la température ou le temps de maintien pendant le traitement d'austénitisation ont peu d'influence sur le PTE des états de référence, ce qui prouve que

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

la taille des anciens grains austénitiques -qui évoluent très vite à ces températures- a peu d'influence sur la mesure du PTE à température ambiante.

Les traitements thermiques de premier type (voir la Figure 2.3) affectent considérablement la valeur du PTE. Les valeurs du PTE mesurées sont différentes mais leur évolution suite à un traitement thermique donné semble être similaire pour les deux nuances. Nous avons donc calculé l'écart de PTE entre les deux nuances pour chaque traitement thermique et représenté son histogramme sur la Figure 2.12.

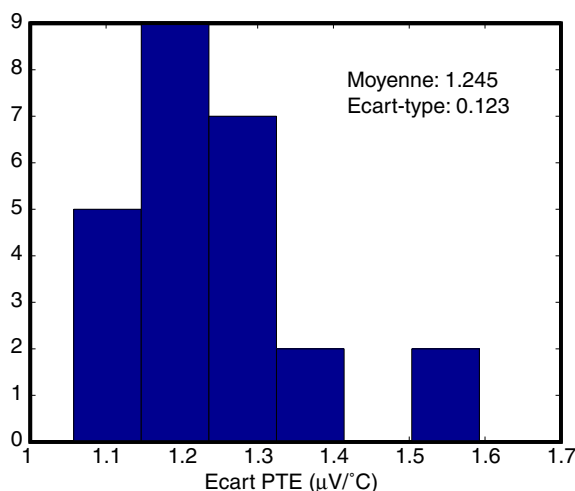


Figure 2.12 – Histogramme des écarts de mesure de PTE entre les deux nuances.

Nous remarquons que l'écart constaté à l'état de réception est conservé après traitement thermique et ceci pour des états métallurgiques assez différents: état perlito-bainitique à réception ou état martensitique. Nous pouvons donc écrire de manière plus précise que, quel que soit l'état

$$PTE_{\text{nuance B}} \simeq PTE_{\text{nuance A}} + 1,2^{\pm 0,37} \quad (2.2)$$

Au cours de cette étude, cet écart significatif de PTE entre les deux nuances A et B n'a pas pu être corrélé aux faibles différences de leur composition chimique (voir tableau 2.1).

2.3.2.4 Décarburation

Les traitements thermiques de second type (voir la Figure 2.4) ont été réalisés dans un four où on peut atteindre un vide secondaire et aucune oxydation visible n'est apparue sur les éprouvettes.

En revanche, les traitements thermiques du premier type (voir la Figure 2.3) ont été réalisés dans un dilatomètre DT1000 (voir Annexe B) sous atmosphère d'hélium et les éprouvettes se sont oxydées au cours des traitements thermiques. Sur la Figure 2.10, nous avons indiqué sur une étiquette, pour certains traitements, l'état (plus ou moins dissous ou précipités) dans lequel se trouvent a priori les éléments d'alliage. Nous avons également représenté dans le diagramme donné en Figure 2.13, l'évolution de la valeur mesurée du PTE en fonction de la dissolution des éléments d'alliage.

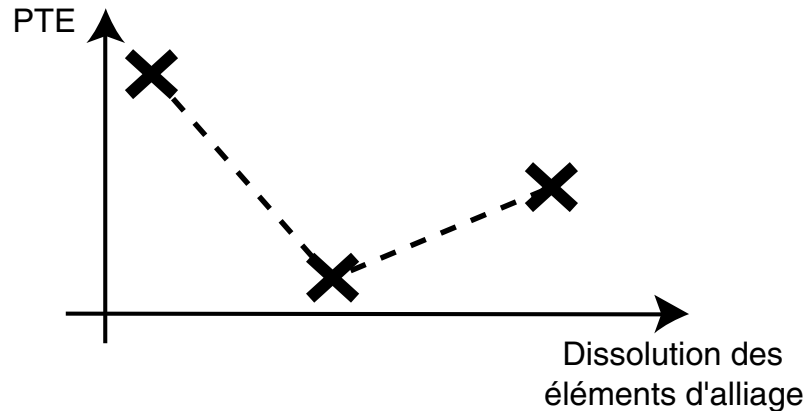


Figure 2.13 – Valeur du PTE en fonction de la dissolution des éléments d'alliage.

Cette évolution inattendue s'explique par une décarburation des éprouvettes lors des traitements thermiques les plus longs. Ce phénomène a été mis en évidence sur une éprouvette traitée à une température de 900°C , pendant 2 secondes, avec une vitesse lente de chauffage de 0.1°C/s . Le profil de dureté dans l'épaisseur de cette éprouvette, représenté en Figure 2.14, chute considérablement en peau ce qui est le signe d'une décarburation importante. Ce profil et en particulier l'épaisseur de la zone affectée sont par ailleurs cohérents avec un calcul de diffusion élémentaire du carbone dans l'austénite. Ce phénomène de décarburation ne peut être que plus important pour des températures d'austénitisation plus élevées.

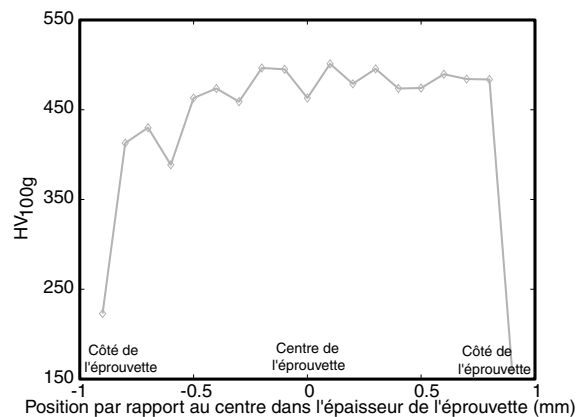


Figure 2.14 – Profil de dureté sur une éprouvette décarburrée ($V_C=0.1^{\circ}\text{C/s}$, $T_m=900^{\circ}\text{C}$, $t_m=2\text{s}$, $V_R=400^{\circ}\text{C/s}$).

Lors des premiers traitements thermiques réalisés dans ce dilatomètre de trempé l'atmosphère d'hélium était dite statique i.e. non renouvelée en cours d'essai. Nous avons donc doublé quelques traitements thermiques sur la nuance B en maintenant un flux continu d'hélium pendant l'essai. Les résultats de ces essais en atmosphère dite dynamique sont également reportés en Figure 2.11. Ce changement d'atmosphère modifie les valeurs mais les tendances restent identiques. En fait, nous verrons dans le paragraphe suivant qu'avec ces nouveaux traitements nous avons retardé

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

mais pas supprimé la décarburation.

Les mesures du PTE des Figures 2.10 et 2.11 cumulent donc plusieurs effets : la dissolution des éléments d'alliage mais aussi la perte du carbone réagissant avec l'oxygène restant dans l'atmosphère autour de l'éprouvette. Or le carbone est l'un des éléments dont l'effet sur le PTE de l'acier 16MND5 est le plus important [Hou02]. Ce phénomène de décarburation est d'autant plus sensible sur la mesure du PTE qu'il s'agit d'un phénomène surfacique et que la mesure du PTE n'affecte qu'une faible profondeur. La décarburation affecte donc trop les valeurs du PTE pour que nous puissions en déduire des conclusions sur les cinétiques de dissolution des éléments d'alliage.

2.3.3 Résultats des mesures de dureté

Nous avons également réalisé des mesures de micro-dureté sur la nuance B, en surface des éprouvettes et à coeur après tronçonnage. Ceci nous a permis de quantifier pour les différents types de traitements thermiques l'éventuelle chute de dureté due à la décarburation. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 2.3.

V_C (°C/s)	T_m (°C)	t_m	Atm.	HV _{0.5kg} coeur	HV _{0.5kg} côté	écart (%)
0.1	900	2s	He dyn	430	414	-3.7
0.1	1100	2s	He dyn	433	262	-39.5
1	900	2s	He dyn	476	466	-2.1
1	1100	2s	He dyn	496	463	-6.7
10	900	2s	He sta	499	477	-4.4
10	1000	2s	He sta	474	484	2.1
10	1100	2s	He sta	479	430	-10.2
1	1000	15mn	He dyn	474	347	-26.8
1	1000	45mn	He dyn	468	275	-41.2
1	1100	15mn	He dyn	466	371	-41.2
1	1100	45mn	He dyn	443	380	-14.2
400°C/h	900	30mn	vide sec.	223	214	-4
400°C/h	1000	30mn	vide sec.	219	218	-0.5
400°C/h	1100	30mn	vide sec.	224	237	5.8

Tableau 2.3 – Duretés après traitements thermiques sur la nuance B en surface et à coeur des éprouvettes.

L'écart de dureté relatif entre la dureté à coeur et en surface des éprouvettes a été calculé comme $ecart(\%) = 100 \cdot \frac{HV_{côté} - HV_{coeur}}{HV_{coeur}}$. Ces résultats confirment plusieurs points :

- la mesure de dureté est très sensible à ce phénomène de décarburation ;
- l'utilisation d'un flux continu d'hélium lors des traitements thermiques avec refroidissement rapide ne supprime pas l'oxydation et la décarburation mais les retarde ;

- la durée des essais est insuffisante pour qu'il y ait décarburation à coeur, ce qui est cohérent avec un calcul élémentaire de diffusion du carbone dans l'austénite ;
- il n'y a pas décarburation pour les austénitisations les plus courtes.

En se limitant à l'analyse des mesures de dureté à coeur sans décarburation pour les essais sans temps de maintien à haute température ($t_m = 2s$), nous pouvons noter que

- la dureté de la martensite obtenue après montée à la même température T_m a tendance à décroître avec la vitesse de chauffage V_C ;
- la dureté de la martensite obtenue après montée à la même vitesse de chauffage V_C apparaît non corrélée à la température T_m maximale atteinte.

Ces constatations semblent valider l'hypothèse d'une dissolution complète des carbures avant 900°C même pour des temps de maintien courts -ce qui est cohérent avec les résultats connus sur d'autres aciers plus alliés à la température d'austénitisation plus basse mais aux carbures plus stables (cf. par exemple la Figure ??)-; en effet une dissolution incomplète à 900°C avec une vitesse de chauffage rapide impliquerait que la dissolution soit plus poussée à plus haute température ou/et pour des vitesses de chauffage plus lentes, ce qui devrait se traduire par une augmentation de la dureté de la martensite; or, la dureté de la martensite a plutôt tendance à diminuer et non augmenter dans de telles conditions. Par ailleurs, ce dernier point pourrait être expliqué par un effet négatif de l'augmentation de la taille du grain austénitique sur le "raffinement" de la martensite et donc sa dureté.

On associe souvent des mesures de la dureté aux mesures du PTE car les différents éléments d'alliage dans les aciers n'ont pas la même influence sur le PTE que sur la dureté. Pour les deux nuances et pour les traitements où il n'y pas eu de décarburation, nous avons effectué des mesures de dureté Vickers avec une charge de 5kg en surface des éprouvettes (sans les découper). Les résultats sont présentés dans le tableau 2.4.

16MND5	$V_C(^{\circ}C/s)$	$T_m(^{\circ}C)$	t_m	Atm.	HV _{5kg} min.	HV _{5kg} moy.	HV _{5kg} max.
nuance B	X	X	X	X	193	199	202
nuance B	10	900	2s	He sta	453	466	473
nuance B	400°C/h	900	30mn	vide sec.	187	204	233
nuance B	400°C/h	1000	30mn	vide sec.	195	199	203
nuance B	400°C/h	1100	30mn	vide sec.	222	229	234
nuance A	X	X	X	X	196	204	208
nuance A	10	900	2s	He sta	480	496	509
nuance A	400°C/h	900	30mn	vide sec.	211	240	274
nuance A	400°C/h	1000	30mn	vide sec.	197	205	230
nuance A	400°C/h	1100	30mn	vide sec.	237	256	274

Tableau 2.4 – Dureté après traitements thermiques sur les nuances A et B.

Nous pouvons faire un certain nombre de constatations :

- pour les deux nuances, les duretés des matériaux à l'état de réception et

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

après un traitement d'austénitisation suivi d'un refroidissement lent sont très proches, ce qui confirme que la microstructure et la proportion d'éléments d'alliage précipités sont similaires dans ces deux états ;

- les évolutions de la dureté de chacune des deux nuances sont similaires lorsqu'elles sont soumises au même traitement thermique, ce qui confirme que les traitements thermiques ont la même influence sur leur microstructure ;
- les duretés de la nuance B sont systématiquement légèrement plus faibles que les duretés de la nuance A, ce qui est cohérent avec la différence observée entre les valeurs du PTE des deux nuances.

Il est également troublant que les écarts de dureté et de PTE entre les deux nuances soient également cohérents avec les prévisions des formules empiriques utilisées par exemple par Creusot-Loire pour corréliser la dureté des constituants élémentaires d'un acier non allié et la composition chimique de cet acier. L'ordre de grandeur de la dureté de la martensite peut par exemple être évaluée par la formule empirique 2.3.

$$HV_M = 127 + 949\%C + 27\%Si + 11\%Mn + 8\%Ni + 16\%Cr + 21\log_{10}V_R \quad (2.3)$$

où V_R représente la vitesse de refroidissement en °C/h. Appliquée aux compositions données dans le tableau 2.1, et à une vitesse de 150°C/s, cette formule permet d'évaluer $HV_M(\text{nuance A}) = 440 \pm 6$ et $HV_M(\text{nuance B}) = 427 \pm 6$. Cette remarque n'est cependant pas suffisante pour tenter de corréliser les compositions chimiques des deux nuances à leurs différences de comportement et d'endommagement à haute température.

2.4 Cinétique de croissance des grains austénitiques

2.4.1 Revue bibliographique

2.4.1.1 Modèles de croissance de grain

Au chauffage, l'acier 16MND5 passe d'une structure cristallographique cubique centrée à une structure cristallographique cubique face centrée entre environ 720°C et environ 840°C. Au delà de cette dernière température, les grains d'austénite ont tendance à grossir pour minimiser l'énergie de surface entre grains. Ce processus qui se fait par diffusion est thermiquement activé. De nombreux auteurs ont étudié les lois de croissance des grains d'austénite et K. Sestier [Ses98], lors de ses travaux de thèse, les a recensées. Il existe différents modèles provenant souvent de considérations physiques sur la mobilité des joints de grains.

Dans le cas de certains matériaux très purs qui ont des croissances continues, Hillert [Hil65] propose l'équation suivante pour la vitesse de migration v d'un joint de grain :

$$v = M \cdot \Delta P = M \cdot \gamma \cdot \left(\frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} \right) \quad (2.4)$$

où M représente la mobilité du joint de grain, ΔP le gradient de pression à travers le joint de grain, γ l'énergie libre interfaciale, ρ_1 et ρ_2 les rayons de courbure principaux

de la surface du joint. En utilisant différentes considérations topologiques et en supposant que les grains les plus petits disparaissent au profit des plus gros, Hillert montre que la croissance moyenne des grains de taille \bar{R} , dite croissance normale s'écrit :

$$\frac{d\bar{R}^2}{dt} = \frac{1}{2} \cdot \alpha \cdot M \cdot \gamma \quad (\text{ou encore } \frac{dD}{dt} = M \cdot \frac{1}{D}) \quad (2.5)$$

L'intégration de cette loi pour un traitement isotherme donne la relation suivante :

$$\bar{R} = \sqrt{K \cdot t + \bar{R}_0^2} \quad (2.6)$$

où K est une constante dépendant de la température et \bar{R}_0 la valeur initiale de \bar{R} .

Dans la réalité, la croissance des grains est freinée par les particules de seconde phase ou les impuretés en solution et il est très rare de trouver une croissance normale des grains. C'est pourquoi, Ashby [AE82] a généralisé l'équation 2.5 de Hillert et proposé l'expression suivante :

$$\frac{dD}{dt} = A_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \cdot f(D) \quad (2.7)$$

où $f(D)$ est une fonction de D qui peut être différente de $\frac{1}{D}$. De même, Ikawa [ISOM77] a proposé :

$$\frac{dD^a}{dt} = C_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2.8)$$

Ces approches proposent des croissances continues et avec ces modèles, les grains austénitiques n'atteignent pas de taille limite asymptotique, ce qui est contraire à l'évidence expérimentale sur des matériaux industriels.

Hillert [Hil65] a également étendu son approche aux matériaux possédant des particules de seconde phase qui bloquent la croissance des grains. En introduisant un terme de freinage S sur la vitesse de migration des joints de grain, l'équation 2.4 devient :

$$v = M \cdot (\Delta P \pm S) \quad (2.9)$$

où S dépend de la taille et de la fraction volumique des particules de seconde phase. La cinétique de la taille moyenne des grains devient alors :

$$\frac{d\bar{R}^2}{dt} = \frac{1}{2} \cdot \alpha \cdot M \cdot \gamma \cdot \left(1 - \frac{z\bar{R}}{\alpha}\right)^2 \quad (2.10)$$

où $z = \frac{4r}{3f}$ avec f la fraction volumique des particules et r la taille des particules supposée constante. Contrairement au modèle de croissance normale, ce dernier modèle prévoit que la taille moyenne des grains atteint une limite égale à $\frac{\alpha}{z}$.

D'autres auteurs [Cah62] [GH73] ont également proposé des approches du même type que Hillert en rajoutant un terme de freinage sur la vitesse de migration des joints de grains. Cahn [Cah62] propose :

$$v = M \cdot (\Delta P - P_i) \quad \text{avec } P_i \text{ dépendant de } v \quad (2.11)$$

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

alors que Grey et Higgins [GH73] proposent :

$$v = M.(\Delta P - \mu^*) \text{ avec } \mu^* \text{ indépendant de } v \quad (2.12)$$

Avec cette dernière hypothèse, ils obtiennent la loi d'évolution du diamètre D des grains austénitiques suivante :

$$\frac{dD}{dt} = \frac{1}{\lambda} \left(\frac{1}{D} - \frac{1}{D_{lim}} \right) \quad (2.13)$$

où D_{lim} -qui représente la valeur limite de la taille des grains austénitiques pour une température donnée- et λ , dépendent uniquement de la température. Ces modèles sont assez différents les uns des autres et ne sont pas tous valides pour l'acier 16MND5. Les résultats des mesures de taille de grains austénitiques réalisées par K. Sestier [Ses98] et M. Martinez [Mar99] pour différents traitements thermiques sont présentés dans le prochain paragraphe.

2.4.1.2 Résultats expérimentaux obtenus sur l'acier 16MND5

M. Martinez a étudié la cinétique de grossissement des grains d'austénite de l'acier 16MND5 pour des temps allant jusqu'à 10 heures à 900, 1000 et 1100 °C. Ces temps et ces températures étaient compatibles avec son étude sur le soudage par diffusion. Pour son travail, il avait à disposition un échantillon de 16MND5 de nuance B. Les résultats de ses mesures de taille de grain, effectuées après ces traitements, sont présentés dans le tableau 2.5.

Température (°C)	900	900	1000	1000	1000	1100	1100	1100
Temps de traitement (en h)	1	10	1	5	10	1	5	10
Taille de grain observée (μm)	38	52	72	120	139	111	200	289

Tableau 2.5 – *Mesure de taille de grain sur la nuance B (d'après M. Martinez).*

K. Sestier a étudié la cinétique de grossissement des grains d'austénite de l'acier 16MND5 pour des temps beaucoup plus longs allant jusqu'à 100 heures à 1000, 1100, 1200 et 1300 °C. Pour son étude, elle avait à disposition un échantillon de 16MND5 de nuance A. Les mesures ont été réalisées dans les têtes des éprouvettes des essais de fluage, présentés dans le premier chapitre. Si la température était homogène dans l'éprouvette, les têtes ont donc subi la même histoire thermique que la partie homogène, soit une vitesse de chauffage V_C de 0,13°C/s et une vitesse de refroidissement V_R également de 0,13°C/s. Les résultats sont présentés dans les tableaux 2.6 et 2.7 suivant:

Température (°C)	1000	1100	1100	1200	1200
Temps de traitement	10h	25mn	10.5h	30mn	3h
Taille de grain observée (μm)	25	80	300	400	575

Tableau 2.6 – *Mesure de taille de grain sur la nuance A (d'après K. Sestier).*

Température ($^{\circ}\text{C}$)	1000	1100	1200	1300
Taille de grain maxi observée (μm)	25	450	800	1250

Tableau 2.7 – Mesure de taille de grain maximale sur la nuance A (d’après K. Sestier).

Les valeurs maximales observées par K. Sestier correspondent à des traitements d’environ 100 heures aux températures considérées. Cependant, lors des traitements qu’elle a réalisés, elle a constaté que la taille de grain augmente très vite pendant les premières heures et n’augmente quasiment plus au delà de 10 heures.

Nous avons rassemblé l’ensemble de ces données en Figure 2.15.

Nous constatons une différence entre les tailles des grains des deux nuances A et B d’acier 16MND5. Cependant, ces mesures ayant été réalisées par des opérateurs différents avec des méthodes différentes dans des environnements différents, nous avons préféré refaire des mesures pour comparer les cinétiques de grossissement des grains austénitiques des deux nuances dans les mêmes conditions. Les résultats de ces mesures sont présentés dans le prochain paragraphe.

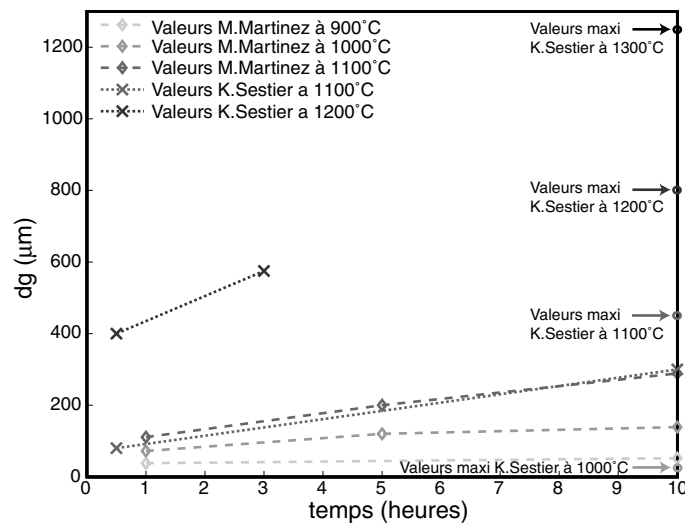


Figure 2.15 – Cinétique de grossissement de grains des deux nuances A et B (synthèse des résultats de M. Martinez et K. Sestier).

2.4.2 Résultats acquis au cours de cette étude

Nous avons mesuré, sur les deux nuances A et B, les tailles de grains austénitiques obtenues lors des traitements les plus longs que nous avons réalisés lors de l'étude sur le PTE. Ces traitements, dont l'histoire thermique est proche de celle que subit le matériau avant la mise en charge lors d'essais de fluage ou de traction classiques, sont rappelés dans le tableau 2.8.

V_C	T_m (°C)	t_m	V_R
400°C/h	1000	10h	300°C/h
400°C/h	1100	30mn	300°C/h
400°C/h	1100	5h	300°C/h

Tableau 2.8 – Ensemble des traitements thermiques qui ont servi à la mesure des tailles de grains austénitiques sur les deux nuances A et B.

La mesure de la taille des grains austénitiques (ou plus précisément des anciens grains austénitiques) se fait à température ambiante. Lors du refroidissement lent, la microstructure austénitique disparaît au profit d'une microstructure perlito-bainitique qui a tendance à se former à partir de défauts cristallographiques et donc des anciens joints de grains austénitiques. Mesurer la taille des anciens grains à température ambiante revient donc à révéler les anciens joints de grains, ce qui se fait par attaque chimique. Parmi les différents produits (Villela ou Picral) proposés par K. Sestier [Ses98], nous avons préféré le Picral qui permet une attaque relativement lente par rapport à celle du Nital ou du Villela (voir en Annexe B les compositions de ces attaques). Les temps d'attaque de quelques minutes ainsi obtenus (à comparer à quelques secondes avec l'attaque Villela) sont plus faciles à maîtriser. Les micrographies obtenues après attaque pour les éprouvettes ayant subi les traitements thermiques rappelés dans le tableau 2.8 sont présentées en Figures 2.16, 2.17, 2.18, 2.19, 2.20 et 2.21:

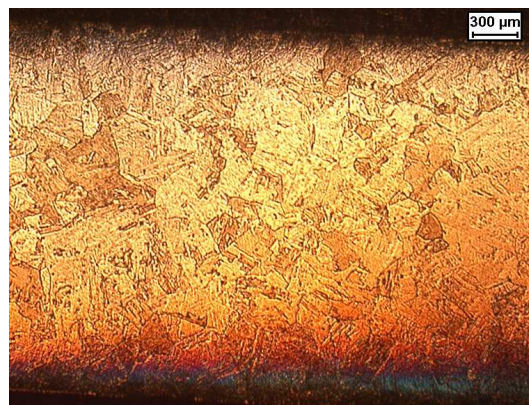
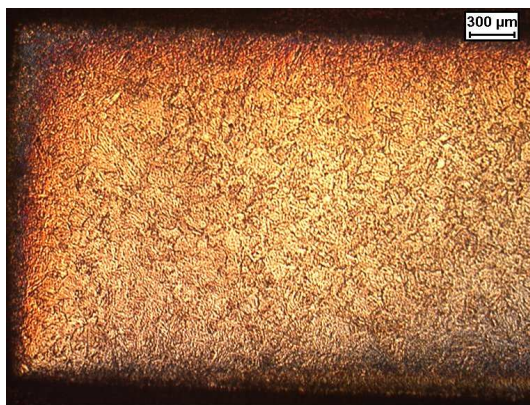


Figure 2.16 – Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 10h à 1000°C.

Figure 2.17 – Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 10h à 1000°C.

Sur chaque micrographie, nous avons mesuré la taille moyenne des anciens grains austénitiques en comptant le nombre de grains sur une surface donnée. Les résultats



Figure 2.18 – Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 30mn à 1100°C.

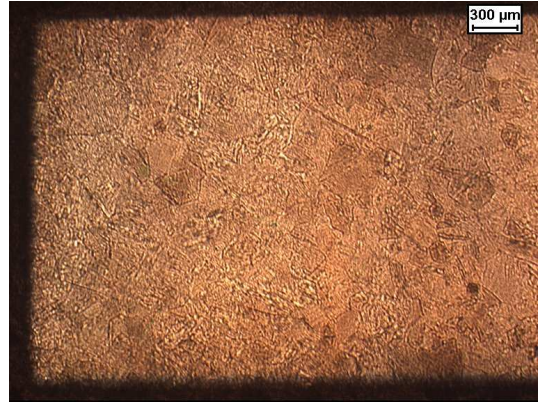


Figure 2.19 – Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 30mn à 1100°C.



Figure 2.20 – Anciens grains austénitiques de la nuance B après maintien de 5h à 1100°C.



Figure 2.21 – Anciens grains austénitiques de la nuance A après maintien de 5h à 1100°C.

de ces mesures sont présentés dans le tableau 2.9.

Température (°C)	1000	1100	1100
Temps de traitement	10h	30mn	5h
Taille de grain de la nuance A (μm)	300	180	350
Taille de grain de la nuance B (μm)	170	100	250

Tableau 2.9 – Valeurs mesurées de la taille de grain sur les deux nuances.

Nous constatons à travers ces mesures que:

- quel que soit le traitement thermique effectué, la taille des grains austénitiques est plus petite pour la nuance B que pour la nuance A ;
- les résultats de nos mesures sur la nuance B sont très proches des résultats obtenus par M. Martinez sur la même nuance ; cette validation croisée est d'autant plus convaincante, que M. Martinez a utilisé des conditions de refroidissement après austénitisation différentes des nôtres (trempe suivie d'un revenu de 16 heures à 510°C) ;

- les résultats de nos mesures sur la nuance A ne sont pas comparables avec les résultats obtenus par K. Sestier sur la même nuance, ce que nous n'avons pas pu expliquer dans le cadre de cette étude.

Pour la suite de cette étude, nous avons donc utilisé les résultats de nos mesures pour les deux nuances et les résultats M. Martinez pour la nuance B.

2.4.3 Proposition et identification d'une loi phénoménologique de croissance des grains

K. Sestier et M. Martinez, lors de leurs travaux sur les deux nuances A ou B, ont identifié le modèle de croissance de grain de Grey et Higgins [GH73] correspondant à l'équation 2.13. Ce modèle permet de rendre compte de manière satisfaisante de la croissance des grains d'austénite du 16MND5. Cependant, son identification est délicate avec le terme en $\frac{1}{D}$ et la réponse du modèle pour les temps faibles dépend fortement de la valeur initiale que l'on donne à la taille des grains. En réalité, M. Martinez a utilisé ce modèle en le couplant avec le changement de phase et la proportion d'austénite z formée au chauffage. Il a ainsi étendu l'approche proposée par J.B. Leblond *et al* au modèle de Grey et Higgins [GH73] (équation 2.13) en proposant :

$$\frac{d(z.D)}{dt} = \frac{z}{\lambda} \left(\frac{1}{D} - \frac{1}{D_{lim}} \right) \quad (2.14)$$

ce qui permet de simuler la phase de germination et de croissance des grains lors du changement de phase.

N'ayant pas besoin d'avoir une telle précision sur la taille des grains à 840°C, alors que cette taille et sa croissance sont négligeables devant la taille et la croissance à des températures plus élevées (par exemple 1000 ou 1100°C) nous avons préféré utiliser un modèle de croissance de grain phénoménologique plus simple. Nous proposons donc le modèle suivant :

$$\dot{d}_g = b(T). \langle d_g^{lim}(T) - d_g \rangle \quad (2.15)$$

où b et d_g^{lim} sont des paramètres matériau dépendant de la température. Ce modèle permet de rendre compte du phénomène de saturation de la taille de grain à la valeur d_g^{lim} . De plus, nous proposons que les paramètres dépendent de la température, de telle manière que

$$b(T) = b_0 \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.16)$$

$$d_d^{lim}(T) = d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W}{RT}\right) \quad (2.17)$$

Nous avons identifié ce modèle, à partir des résultats rassemblés dans le tableau 2.10, pour les deux nuances A et B qui présentent des cinétiques de croissance de grain austénitique différentes. Pour les points qui sont doublés, en l'occurrence certaines de nos mesures avec celles de M. Martinez sur la nuance B, nous avons pris la moyenne des deux valeurs. Nous avons d'abord identifié le modèle complet (donc les quatre paramètres b_0 , Q , d_{g0}^{lim} et W) pour la nuance B pour laquelle les données sont les plus nombreuses. Nous avons ensuite identifié le modèle pour la nuance A

Etude	16MND5	temps	Température (°C)	$d_{g_{exp}}$ (μm)
Martinez	nuance B	1h	900	38
Martinez	nuance B	10h	900	52
Martinez	nuance B	1h	1000	72
Martinez	nuance B	5h	1000	120
Martinez	nuance B	10h	1000	139
Martinez	nuance B	1h	1100	111
Martinez	nuance B	5h	1100	200
Martinez	nuance B	10h	1100	289
Vereecke	nuance B	10h	1000	170
Vereecke	nuance B	30mn	1100	100
Vereecke	nuance B	5h	1100	250
Vereecke	nuance A	10h	1000	300
Vereecke	nuance A	30mn	1100	180
Vereecke	nuance A	5h	1100	350

Tableau 2.10 – Base de données expérimentale pour l'identification du modèle de croissance de grain austénitique pour les deux nuances A et B.

en faisant l'hypothèse que les valeurs des paramètres $d_{g_0}^{lim}$, b_0 et Q sont identiques pour les deux nuances et que seul le paramètre W permet de les différencier.

L'identification des différents paramètres a été réalisée en utilisant la fonction d'optimisation *fminsearch* du logiciel Matlab [Mat] pour minimiser une erreur construite à partir des données expérimentales et des données simulées avec les paramètres à optimiser. L'erreur que nous avons choisie est la suivante

$$erreur = \sum_{i=1}^{nbre\ essais} \frac{(d_{g_{exp}}^i - d_{g_{sim}}^i)^2}{(d_{g_{exp}}^i)^2} \quad (2.18)$$

où $d_{g_{exp}}^i$ représente la taille de grain mesurée expérimentalement lors du traitement thermique i et $d_{g_{sim}}^i$ la taille de grain simulée. Pour obtenir cette dernière valeur, nous avons utilisé la fonction *ode45* du logiciel Matlab [Mat] qui met en oeuvre une méthode de Runge-Kutta au 4^{ème} ordre pour intégrer la loi d'évolution 2.15.

Pour simuler la taille des grains, nous avons tenu compte de la croissance lors de la phase de chauffage jusqu'à la température de maintien, à une vitesse de 0.1°C/s, à partir de la valeur initiale $d_g = 0\mu m$ à T=820°C qui correspond approximativement à la température de fin de changement de phase.

Les valeurs des paramètres du modèle de croissance de la taille des grains austénitiques ainsi identifié pour les nuances A et B sont données dans le tableau 2.11.

	b_0 ($\mu m/s$)	Q (J)	$d_{g_0}^{lim}$ (μm)	W (J)
16MND5 nuance B	$9.3 \cdot 10^{-8}$	$7.9 \cdot 10^4$	$6.35 \cdot 10^6$	$1.14 \cdot 10^5$
16MND5 nuance A	$9.3 \cdot 10^{-8}$	$7.9 \cdot 10^4$	$6.35 \cdot 10^6$	$1.08 \cdot 10^5$

Tableau 2.11 – Paramètres du modèle de croissance de taille de grain (relations 2.15, 2.16 et 2.17) identifiés pour les deux nuances A et B.

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

La comparaison entre les données expérimentales et les prévisions du modèle avec ces valeurs des paramètres est donnée en Figure 2.22.

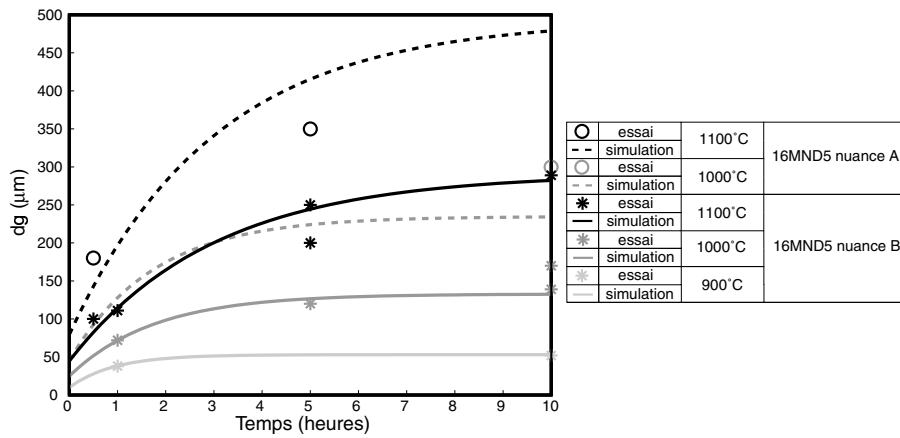


Figure 2.22 – Croissance de la taille de grain expérimentales et simulées pour les deux nuances.

Ce modèle et les paramètres choisis permettent de représenter correctement l'évolution des grains austénitiques pour les deux nuances. La différence assez significative de la cinétique de croissance de grain dans les deux nuances est aussi illustrée par les Figures 2.23 à 2.25.

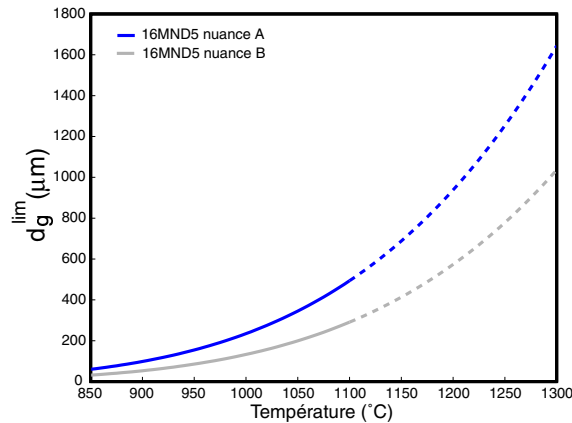


Figure 2.23 – Simulation des tailles de grain limite pour chaque nuance.

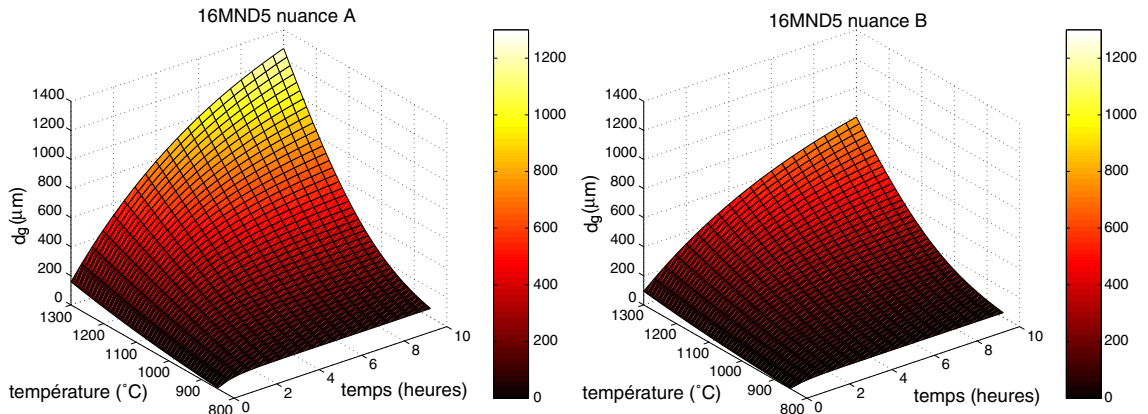


Figure 2.24 – Comparaison des tailles de grain courantes pour chaque nuance.

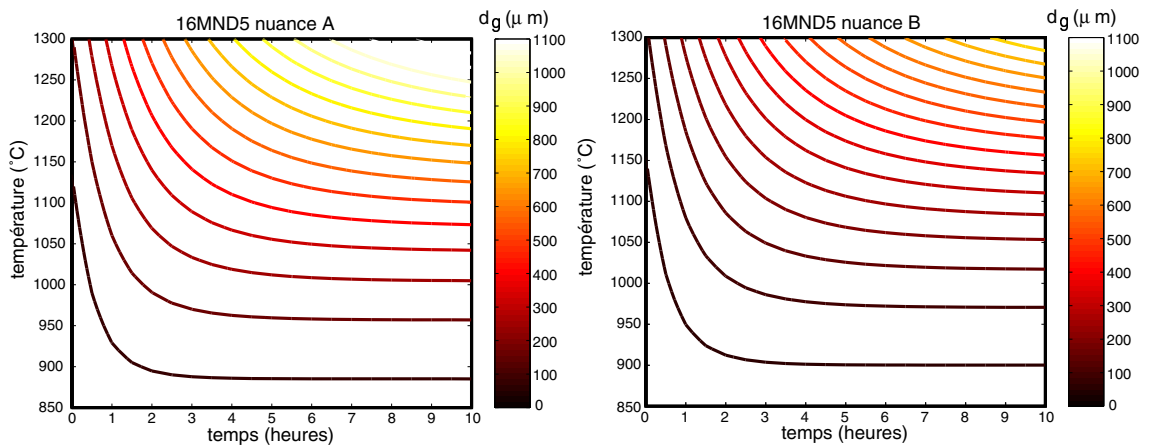


Figure 2.25 – Comparaison des tailles de grain courantes pour chaque nuance.

2.5 Carte des mécanismes d'endommagement

Les mesures de taille des grains austénitiques après différents traitements thermiques ont permis d'établir que, pour tous les traitements envisagés, la taille de grain de la nuance B est plus petite que celle de la nuance A.

Il est donc tentant de vouloir corréler ces tailles de grain de la nuance B, petites par rapport à celles de la nuance A, à la propension de la nuance B à développer en fluage un endommagement intergranulaire -associé à des strictions plus faibles et des temps à rupture plus courts que pour la nuance A-. Cette corrélation apparente est illustrée en Figure 2.26 par les tailles de grains de la nuance A et de la nuance B respectivement égales à 300 et $170\mu m$, après le traitement de 10 heures à $1000^{\circ}C$ qui correspond à l'histoire thermique imposée avant la mise en charge lors des essais de fluage.

Cependant, lors d'un essai de fluage à $1100^{\circ}C$, illustré par la Figure 2.27, la nuance B ne développe pas d'endommagement intergranulaire et présente un temps à rupture plus élevé que celui de la nuance A, alors que le même pré-traitement de 10

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

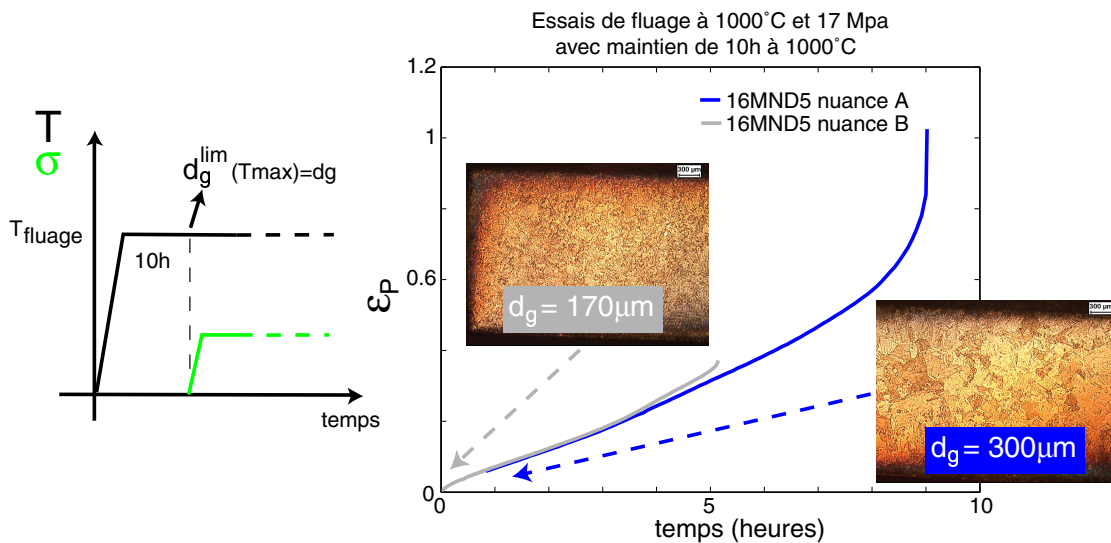


Figure 2.26 – Essai de fluage à 1000°C avec endommagement ductile de la nuance A et endommagement intergranulaire de la nuance B.

heures à la température d'essai conduit à des différences de taille de grain analogues (cf. tableau 2.10 et Figure 2.22).

De même, lors d'un essai de fluage à 1000°C, illustré par la Figure 2.28, mais après un prétraitement de 25mn à 1200°C, la nuance B ne développe pas d'endommagement intergranulaire et présente un temps à rupture plus élevé que celui de la nuance A, alors que pour chaque nuance, la taille de grain en début de chargement mécanique (calculée avec le modèle identifié ci-dessus) est du même ordre de grandeur que celle qui aurait été obtenue par un pré-traitement classique de 10h à la température d'essai.

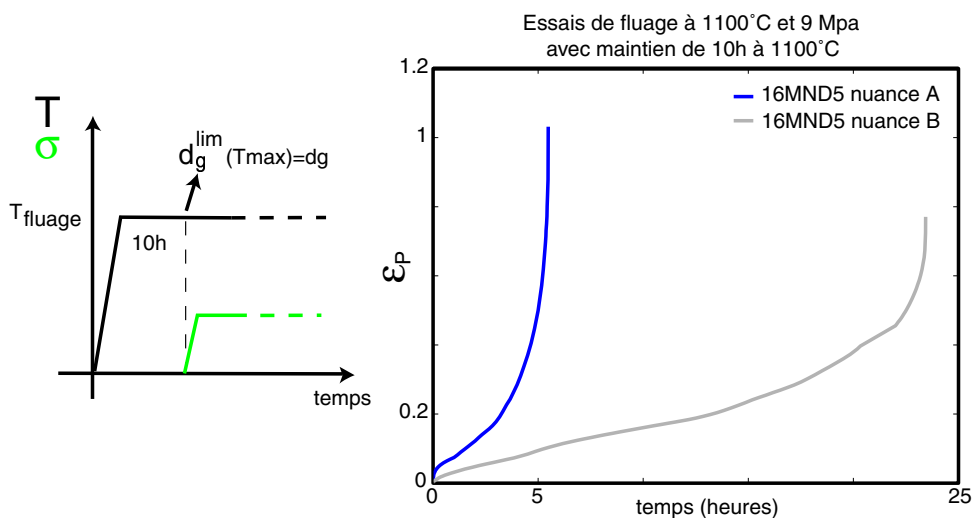


Figure 2.27 – Essais de fluage à 1100°C avec endommagement ductile des deux nuances.

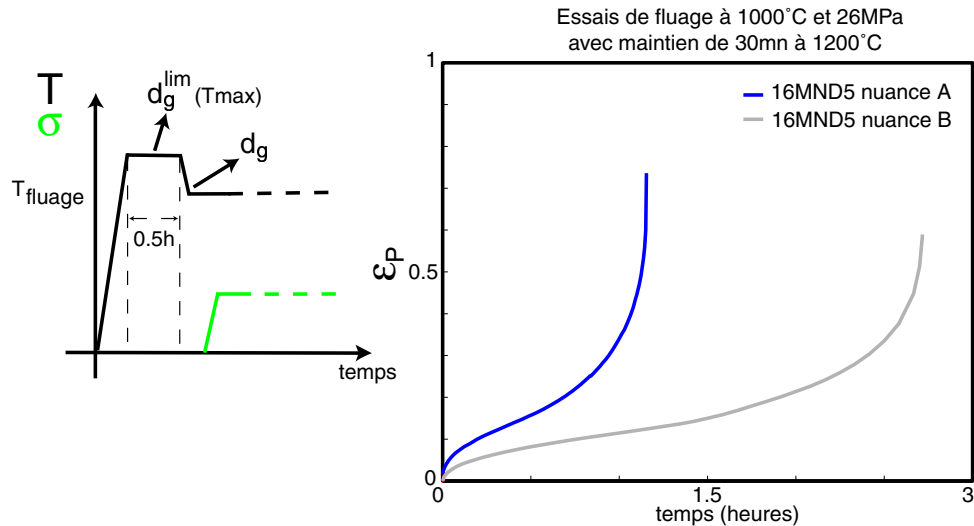


Figure 2.28 – Essai de fluage à 1000°C après surchauffe à 1200°C avec endommagement ductile des deux nuances.

La taille de grain courante d_g n'est pas donc pas directement corrélée aux différences de mécanismes d'endommagement des deux nuances A et B -puisque les mêmes différences qualitatives de taille de grain ont des effets différents à 1000°C et 1100°C , ou à 1000°C mais après des surchauffes différentes-.

Il reste cependant possible qu'une même cause soit à l'origine des différences de mécanismes d'endommagement et de cinétique de croissance de grains dans les deux nuances, viz. les impuretés au voisinage des joints de grains. La mobilité des joints de grain peut être freinée par de nombreux obstacles (éléments en solution solide ou sous forme de précipités) et le passage d'un mode d'endommagement intragranulaire à un mode d'endommagement intergranulaire peut également être étudié en fonction du taux d'impuretés aux joints de grain et à l'intérieur des grains, par exemple dans des alliages d'aluminium [PDDB03].

La nuance B présente plus d'impuretés que la nuance A (cf. le Chapitre 1). Si l'on suppose que ces impuretés sont sous forme de précipités concentrés en plus grande quantité aux joints de grains, il est probable qu'à 1000°C elles freinent la croissance des grains d'austénite tout en favorisant le développement d'un mécanisme d'endommagement intergranulaire.

En revanche, à une température supérieure à 1000°C (qui reste à déterminer avec précision), ces précipités se dissolvent. La cause du mécanisme d'endommagement intergranulaire disparaît alors à toutes les températures, jusqu'à ce que la température de reprécipitation, probablement inférieure à 1000°C , soit atteinte lors d'un refroidissement. Cependant, malgré la dissolution des précipités, quel que soit le chargement thermique, la taille courante des grains reste toujours plus faible puisque leur croissance a été freinée aux températures inférieures à la température de dissolution. Ces petites tailles de grain ont alors un effet bénéfique sur l'écroutissage et donc la vitesse de fluage secondaire (cf. Figure 2.29).

2. Relations entre microstructure et mécanismes d'endommagement de deux nuances (A et B) d'acier 16MND5

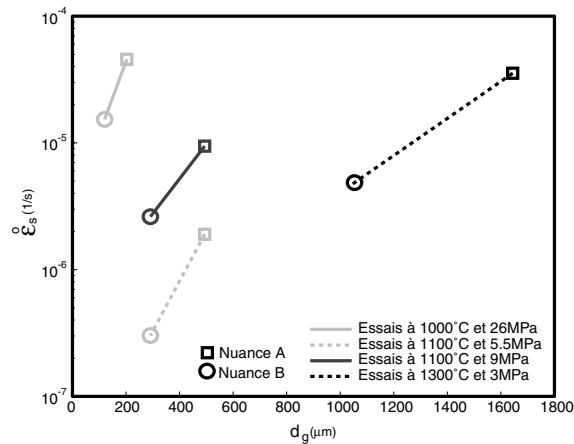


Figure 2.29 – Vitesse de fluage secondaire après dissolution des impuretés.

La taille de grain courante d_g apparaît donc bien comme une variable d'état microstructural couplée aux mécanismes d'écrouissage du matériau (ce qui est un résultat classique). En revanche, cette variable n'est pas directement couplée au mécanisme d'endommagement intergranulaire, tout en apparaissant comme un indicateur de la présence éventuelle d'impuretés aux joints de grain du matériau. Cet indicateur est malheureusement directement sensible non seulement au taux d'impuretés mais aussi à toute l'histoire thermique du matériau ; autrement dit, il n'y a pas de relation biunivoque entre la taille de grain actuelle à une température donnée et l'état métallurgique -en terme de taux d'impuretés- du matériau (cf. Figure 2.28).

Par ailleurs, la taille de grain limite $d_g^{lim}(T_{max})$ (valeur à saturation du modèle de croissance de taille de grain) correspondant à la dernière température maximale précédemment subie par le matériau depuis son austénitisation devrait constituer un indicateur beaucoup plus pertinent de ce taux d'impuretés.

Cette conjecture est corroborée par le diagramme $(T, d_g^{lim}(T_{max}))$ donné en Figure 2.30 où nous avons reporté le mode d'endommagement principal (intergranulaire ou intragranulaire) de tous les essais de fluage sur les nuances A et B.

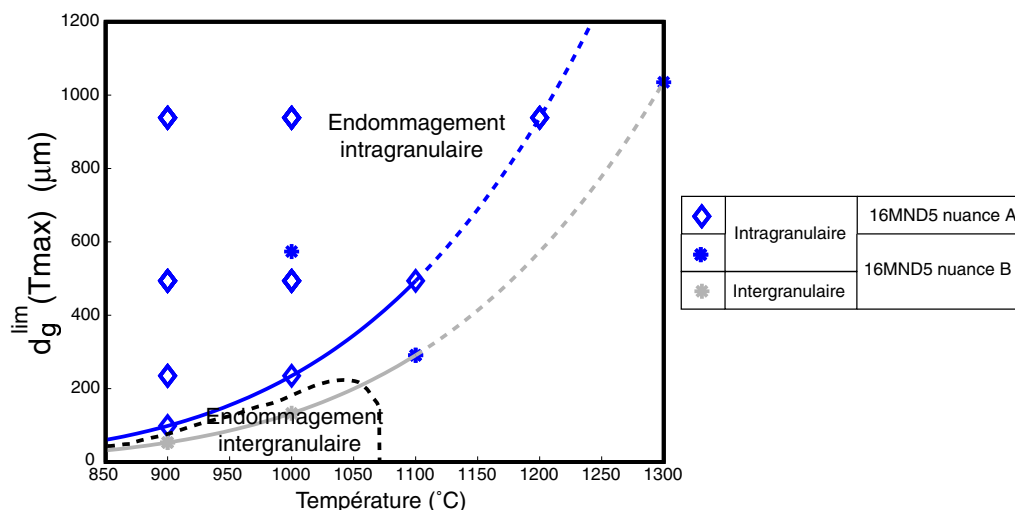


Figure 2.30 – Carte des mécanismes d'endommagement des deux nuances A et B.

2.6 Conclusions

Cette étude métallurgique fine des nuances A et B de l'acier 16MND5 [VB04a] avait pour but d'isoler la(les) variable(s) microstructurale(s) qui permette(nt) de différencier le comportement de ces deux nuances.

Grâce aux mesures de dureté réalisées, il a été confirmé que les carbures se dissolvent extrêmement vite en phase austénitique et donc qu'ils ne sont pas à l'origine des différences d'endommagement et de comportement des deux nuances.

Les mesures de Pouvoir Thermo Electric ont mis en évidence que cette quantité facilement mesurable est un indicateur sensible de la différence d'état chimique entre ces deux nuances. La robustesse de cet indicateur est démontrée par le fait qu'il affiche un écart constant entre les deux nuances ayant le même état métallurgique quel que soit cet état. Cependant, le lien de causalité éventuel entre la valeur du PTE d'une nuance de 16MND5, sa composition chimique et sa tendance éventuelle à présenter un trou de ductilité à haute température reste à établir. Nous n'utiliserons donc pas cet indicateur dans la suite de cette étude mais il serait sans doute très intéressant d'inclure ce moyen de caractérisation dans l'étude qui pourrait être lancée pour identifier le comportement à haute température des différentes nuances d'acier 16MND5, l'un des avantages de ce moyen étant son caractère économique en particulier en terme de quantité de matière nécessaire.

Après avoir revisité les résultats disponibles avant le début de cette étude (malheureusement en partie incohérents), nous avons confirmé une différence notable de la vitesse de grossissement des grains austénitiques des deux nuances A et B. Nous avons proposé et identifié pour les deux nuances un modèle de croissance de la taille de grain. Il serait sans doute très intéressant d'inclure ce type d'identification dans l'étude qui pourrait être lancée pour identifier le comportement à haute température des différentes nuances d'acier 16MND5.

Enfin, nous avons pu dresser une carte des mécanismes d'endommagement des deux nuances de 16MND5 étudiées, en établissant une corrélation entre les mécanismes d'endommagement et la taille de grain austénitique limite. Cette grandeur apparaît donc comme un indicateur d'un mécanisme qui contrôle à la fois la croissance de grain et l'endommagement intergranulaire ; le mécanisme ainsi caractérisé indirectement pourrait être lié à la présence d'impuretés aux joints de grain et reste à identifier par une étude métallurgique plus fine.

Par ailleurs, et indépendamment de cette étude métallurgique, il suffirait de quelques essais et observations pour vérifier s'il est possible d'étendre la carte des mécanismes d'endommagement établie pour les nuances A et B à d'autres nuances de 16MND5. On peut donc envisager définir ainsi une famille d'acier 16MND5 dont les nuances sont essentiellement différenciées par leur cinétique de croissance de grain austénitique et leur propension à développer un endommagement intergranulaire.

En conclusion, nous proposons de caractériser l'état microstructural des deux nuances A et B d'acier 16MND5 en phase austénitique par deux variables d'état, viz. la taille de grain actuelle d_g et la taille de grain limite $d_g^{lim}(T_{max})$. La taille de grain actuelle a un effet sur les mécanismes d'écrouissage et sa valeur dépend de la taille de grain limite et de toute l'histoire thermique subie par le matériau. La taille de grain limite a un effet sur le mécanisme d'endommagement intergranulaire et sa valeur dépend de la nuance du matériau et de la dernière température maximale qu'il a subie (au delà de la température d'austénitisation).

Les causes de l'endommagement ductile intragranulaire sont a priori des précipités stables présents dans les deux nuances de matériau. Par ailleurs, les mécanismes de croissance de grain et de dissolution de précipités liés à l'endommagement intergranulaire sont gouvernés par des mécanismes de diffusion. Ces deux endommagements étant de nature différentes et leurs couplages avec la microstructure étant également différents, il est naturel d'envisager de les modéliser par deux variables internes différentes. Par ailleurs, le mécanisme d'endommagement ductile intragranulaire est a priori toujours potentiellement actif mais peut devenir secondaire lorsque l'endommagement intergranulaire devient actif.

L'analyse qualitative des mécanismes et de leurs couplages, conduite dans ce chapitre, sert donc de base aux développements de la loi de comportement multimécanisme proposée et identifiée dans le Chapitre 3, ainsi qu'à l'approche probabiliste proposée dans le Chapitre 5 de ce mémoire.

Chapitre 3

Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

Sommaire

3.1	Introduction	72
3.2	Un modèle de comportement multimécanisme à haute température	73
3.2.1	Domaine de validité du modèle et choix des mécanismes pris en compte	73
3.2.2	Lois d'état mécaniques	75
3.2.3	Lois d'évolution des variables de plasticité	78
3.2.4	Evolution de l'endommagement intragranulaire ductile	79
3.2.5	Evolution de l'endommagement intergranulaire de fluage	79
3.3	Identification quantitative	80
3.3.1	Stratégie	80
3.3.2	Comportement élasto-viscoplastique	86
3.3.3	Endommagement ductile	91
3.3.4	Effet de la taille de grain sur les vitesses de déformation	94
3.3.5	Endommagement de fluage	97
3.3.6	Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement	100
3.4	Implantation numérique dans Cast3M	104
3.4.1	Introduction	104
3.4.2	Algorithme d'équilibre global	104
3.4.3	Couplages entre thermo-métallurgie et thermo-mécanique	105
3.4.4	Implantation de la loi de comportement mécanique	107
3.4.5	Choix des éléments finis	109
3.5	Simulations numériques	110
3.5.1	Essais de fluage sur éprouvettes axi-symétriques entaillées	110
3.5.2	Discretisation en temps et localisation	116
3.5.3	Analyse d'une maquette de cuve de REP	121
3.6	Conclusions	125

3.1 Introduction

L'objectif final des travaux dans le cadre desquels s'insère cette étude est de mettre en place un outil de simulation numérique de la tenue mécanique des cuves de réacteur à eau pressurisée en cas d'accident grave. La variabilité du chargement thermo-mécanique susceptible de correspondre à ce type de sollicitation extrême, ainsi que la variabilité du comportement du matériau mise en évidence dans le Chapitre 2 de ce mémoire, incitent à introduire un aspect probabiliste dans cet outil. Une approche permettant d'aborder ce point est proposée en Chapitre 5 de ce mémoire.

L'efficacité du traitement probabiliste d'un problème non-linéaire dépend fortement de l'analyse permettant d'en distinguer les aspects déterministes ou aléatoires -analyse préalable à la mise en oeuvre proprement dite de l'approche probabiliste-. Ce point a été illustré par l'étude (non concluante) de la variabilité du comportement du matériau développée dans le Chapitre 1 de ce mémoire : il est apparu difficile (impossible?) de déduire les causes de variabilité du comportement endommagé de deux nuances -A et B- d'acier 16MND5, d'une simple analyse probabiliste globale de différents résultats d'essais de fluage. A contrario, l'étude métallurgique présentée en Chapitre 2 ayant permis d'établir la corrélation -déterministe- existant pour des températures supérieures à 900°C entre la cinétique de grossissement du grain et le comportement endommagé de deux nuances -A et B- d'acier 16MND5, il est possible de proposer, pour cette gamme de température, un modèle de comportement et d'endommagement de l'ensemble de la famille des aciers 16MND5. La présentation de ce modèle -et de son identification pour les deux nuances A et B- fait l'objet de la première partie de ce chapitre.

Ce modèle de comportement et d'endommagement en phase austénitique de l'ensemble de la famille des aciers 16MND5 prend en compte explicitement les mécanismes responsables d'un comportement élasto-viscoplastique, de deux mécanismes d'endommagement intra- ou inter-granulaire et d'un mécanisme de croissance du grain austénitique. La forme modulaire additive du modèle choisi facilite les identifications qualitatives et quantitatives -déterministes pour un matériau donné- des lois d'évolution des variables internes représentant chacun de ces mécanismes ainsi que de leurs couplages. Conformément aux conclusions de l'étude métallurgique présentée en Chapitre 2, la variabilité du comportement du matériau est supposée directement liée au mécanisme de croissance du grain austénitique : autrement dit, les lois d'évolution des variables internes représentant le comportement viscoplastique et les deux mécanismes d'endommagement ainsi que les couplages entre les mécanismes correspondants et le mécanisme de croissance du grain austénitique sont supposés déterministes ; en revanche, la cinétique de grossissement du grain est supposée dépendre du matériau ; en conclusion, nous faisons l'hypothèse que la méconnaissance du comportement endommagé de l'ensemble de cette famille d'acier peut être modélisée en supposant aléatoire ce seul mécanisme de grossissement du grain austénitique (cf. le Chapitre 5 de ce mémoire).

Par ailleurs, quelle que soit l'approche utilisée pour traiter le caractère stochastique de l'analyse de la ruine de structures -tridimensionnelles au comportement fortement non-linéaire-, la qualité -voire la faisabilité- des prévisions de probabilités

de rupture dépendra tout d'abord de la qualité des simulations numériques déterministes faites en supposant connus les chargements appliqués sur la structure et les propriétés du matériau. Dans ce contexte, qui implique l'analyse de multiples cas -de chargement ou/et de propriétés de comportement du matériau-, la qualité des simulations se mesure en termes de précision mais aussi de robustesse et de rapidité. L'implantation dans le code de calcul Cast3M du modèle de comportement endommagé proposé en première partie de ce chapitre et l'efficacité de l'outil ainsi développé sont présentées dans la seconde partie de ce chapitre.

3.2 Un modèle de comportement multimécanisme à haute température

3.2.1 Domaine de validité du modèle et choix des mécanismes pris en compte

Nous rappelons que cette étude est limitée au comportement de la famille des aciers 16MND5 à des températures supérieures à 900°C i.e. supérieures à la température d'austénitisation du matériau. Par ailleurs, nous supposons que le comportement du matériau à ces températures n'est pas sensible aux conditions d'austénitisation (vitesse de chauffage pendant le changement de phase,...). Autrement dit, dans cette gamme de température, le mécanicien peut considérer que le matériau est polycristallin essentiellement monophasé (solution solide de fer Cubique à Faces Centrées et de différents éléments d'alliage) avec des particules "de seconde phase". Les seules variables internes représentatives de la microstructure du matériau sont alors la taille moyenne des grains (notée d_g) et la taille de grain limite (notée d_g^{lim}), dont les évolutions sont supposées être uniquement gouvernées par la température -sans influence de l'état mécanique-. Ces évolutions sont cependant variables d'une nuance de matériau à l'autre ce qui est le résultat probable de l'influence de particules de seconde phase -non prises en compte par ailleurs-. Les lois d'évolution que nous avons choisies pour ces variables de microstructure correspondent au modèle phénoménologique introduit et identifié dans le Chapitre 2 de ce mémoire.

Les différentes courbes de traction et de relaxation données en Figures 3.1 à 3.3 sont représentatives du comportement de l'acier 16MND5 aux températures considérées.

Une analyse des résultats de ce type d'essai fait apparaître un comportement élasto-viscoplastique écrouissable. La réponse en traction du matériau soumis à une vitesse de déformation constante (resp. nulle) dépend de la vitesse de sollicitation (resp. du temps), autrement dit le comportement plastique est visqueux. La relaxation partielle des contraintes témoigne d'une certaine capacité d'écrouissage. Bien que limitée, cette capacité d'écrouissage est directement liée à la vitesse de déformation en fluage secondaire et ne peut pas être négligée. Cependant, dans un premier temps nous avons choisi de ne considérer qu'un écrouissage isotrope et de négliger l'effet d'un éventuel écrouissage cinématique. Cette hypothèse limite le domaine de validité du modèle proposé à des sollicitations essentiellement monotones.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

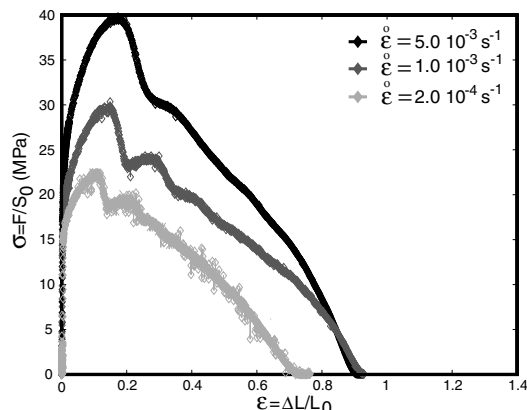
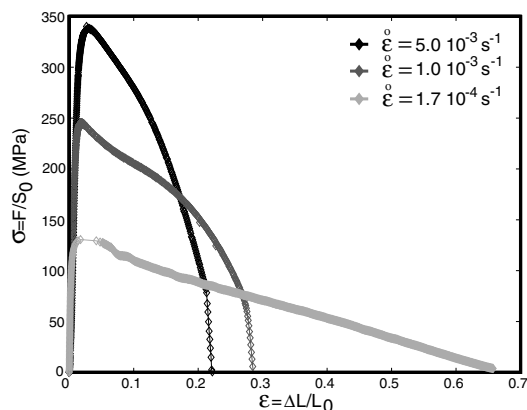


Figure 3.1 – Essais de traction à 700°C sur l'acier nuance A.

Figure 3.2 – Essais de traction à 1100°C sur l'acier nuance A.

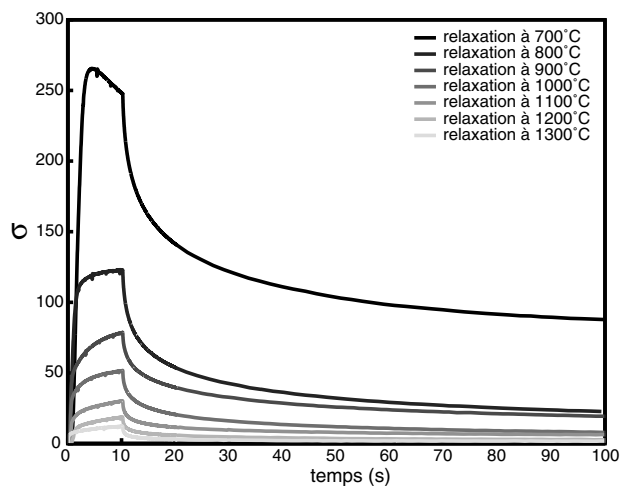


Figure 3.3 – Essais de relaxation sur l'acier de nuance A de 700 à 1300°C.

Les variables internes représentatives du comportement élasto-viscoplastique du matériau sont donc la déformation plastique (notée ε^{vp} ci-après) et une variable scalaire représentative de l'écroutissage isotrope (notée r ci-après). Ces variables sont (classiquement) supposées sans couplage d'état ni entre elles ni avec la taille de grain. En revanche, les lois d'évolution de ces variables sont a priori fonction de la taille de grain.

Les résultats d'essais discutés en Chapitre 1 et 2 de ce mémoire établissent l'existence de deux mécanismes d'endommagement à haute température du 16MND5, viz. un mécanisme intergranulaire et un mécanisme intragranulaire.

Le mécanisme d'endommagement intragranulaire peut être associé à la création de micro-trous par déformation plastique du matériau autour d'obstacles ponctuels aléatoirement distribués. Il est reconnu que ce type d'endommagement ductile peut en première approximation être considéré isotrope et modélisé par une variable interne scalaire (notée D_d ci-après). Cette variable et la taille de grain sont a priori sans couplage d'état et sans couplage d'évolution.

Le mécanisme d'endommagement intergranulaire est souvent associé à un mécanisme de fluage localisé aux joints de grain (et très sensible aux éventuelles particules de seconde phase localisées sur ces joints). Ce mécanisme est souvent anisotrope. Cependant, par souci de simplicité, nous avons choisi de le modéliser par une variable interne scalaire (notée D_c ci-après). En revanche, le couplage d'état entre cette variable et les déformations conduit a priori à un comportement anisotrope. Par ailleurs, la loi d'évolution de cette variable -représentative d'un phénomène localisé aux joints de grain- est a priori fonction de la taille de grain.

En résumé, selon la température et la dissolution de différentes particules de seconde phase -variable d'une nuance de matériau à l'autre-, deux mécanismes d'endommagement peuvent se développer (cf. Figure 3.4). Conformément aux conclusions de l'étude métallurgique objet du Chapitre 2 de ce mémoire, nous proposons que l'endommagement ductile soit a priori toujours actif et que l'endommagement dit de fluage ne soit actif qu'en fonction de la taille de grain limite -utilisée comme indicateur de l'état microstructural du matériau qui contrôle à la fois la croissance de grain et l'endommagement au joint de grain-. Par souci de simplicité, nous avons fait l'hypothèse que les évolutions de ces deux endommagements, éventuellement concomitants, ne sont pas explicitement couplées entre elles.

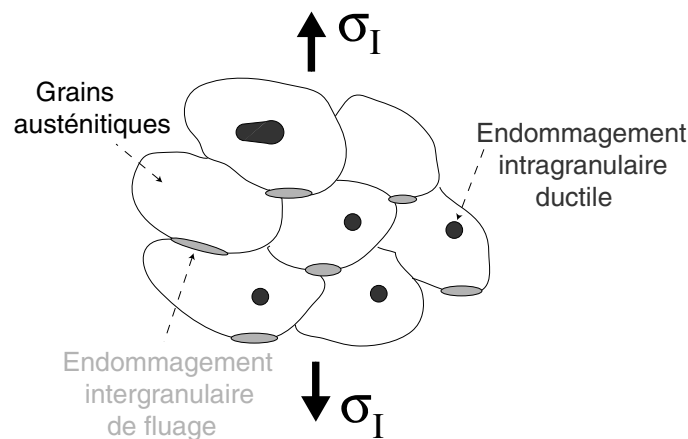


Figure 3.4 – Mécanismes d'endommagement intergranulaire et intragranulaire.

3.2.2 Lois d'état mécaniques

Le formalisme général de la loi de comportement que nous avons choisie a été développé par C. Petry [Pet03] [VPB04] pour modéliser le comportement endommagé d'un alliage de cuivre allié durci par précipitation. En effet, ce matériau présente plusieurs similitudes avec l'acier 16MND5 en phase austénitique : il est polycristallin, cubique à faces centrées avec différentes inclusions et, à haute température, il présente un comportement élasto-viscoplastique couplé à deux mécanismes -isotrope et anisotrope- d'endommagement. (La carte des mécanismes d'endommagement de ce matériau -à la microstructure beaucoup plus stable- est cependant beaucoup plus simple que celle que nous avons proposée en fin de Chapitre 2 pour l'acier 16MND5.)

Conformément aux conclusions du paragraphe précédent, l'ensemble des variables représentatives de l'état thermodynamique du matériau est constitué des variables observables -viz. le tenseur des déformations totales ε et la température T -, des variables internes mécaniques -viz. le tenseur des déformations irréversibles dues à la viscoplasticité ε^{vp} , la variable d'écouissage isotrope r et les deux variables d'endommagement D_d et D_c -, et d'une seule variable de microstructure -i.e. la taille moyenne de grain d_g -. Il convient de noter que le nombre total de ces variables d'état est plus élevé que celui du modèle utilisé actuellement au CEA pour les simulations complexes visées à l'issue de cette étude. Cet inconvénient doit être compensé par des identifications qualitative et quantitative des lois d'évolution des variables internes rendues plus faciles par la forme modulaire additive du modèle choisi.

Nous faisons les hypothèses classiques [LC96] de couplage d'état entre élasticité et endommagement(s) et de découplage entre élasticité endommagée et écouissage(s). Par ailleurs, nous faisons l'hypothèse d'un découplage d'état entre comportement mécanique et microstructure. La partie libre de l'enthalpie libre s'écrit alors de la manière suivante:

$$\rho\psi^*(\sigma, \varepsilon^{vp}, r, D_c, D_d, T) = \frac{1}{2} \sigma : \tilde{\mathbf{E}}^{-1} : \sigma + \sigma : (\varepsilon^{vp} + \varepsilon^{th}) - \psi^p(r) \quad (3.1)$$

où σ représente le tenseur des contraintes, ε^{th} le tenseur des déformations réversibles dues à la dilatation thermique, ψ^p le potentiel associé à l'écouissage isotrope et $\tilde{\mathbf{E}}$ le tenseur d'élasticité endommagé.

Dans le repère des contraintes principales, le tenseur d'élasticité endommagé est choisi de la forme suivante :

$$\tilde{\mathbf{E}}^{-1}(D_c, D_d) = \frac{1}{E(1-D_d)} \begin{bmatrix} \frac{1}{1-D_c} & -\nu & -\nu \\ -\nu & 1 & -\nu \\ -\nu & -\nu & 1 \end{bmatrix}_{\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}} \quad (3.2)$$

où E et ν représentent respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson. Cette expression introduit un effet isotrope de l'endommagement intragranulaire et un effet anisotrope de l'endommagement intergranulaire. Le couplage isotrope entre élasticité et endommagement scalaire, en particulier ductile pour les métaux, est classique [Lem96]. Un couplage anisotrope, qui affecte la rigidité dans une seule direction, est classique dans les matériaux composites dans lesquels l'endommagement se localise à l'interface entre phases, et la direction est alors matérielle et indépendante du chargement appliqué. Ici, nous proposons que l'endommagement dit de fluage n'affecte que la rigidité dans la direction de la plus grande contrainte principale, ce qui n'est pas classique pour les métaux, mais cependant cohérent avec l'hypothèse d'un endommagement surfacique localisé aux joints de grain. Cette hypothèse de couplage original fait partie des points à valider expérimentalement (cf. le Chapitre 4 de ce mémoire).

Les lois d'état dérivées du potentiel d'état mécanique donné ci-dessus s'écrivent :

$$\varepsilon = \frac{\partial \rho\psi^*}{\partial \sigma} = \tilde{\mathbf{E}}^{-1} : \sigma + \varepsilon^{vp} + \varepsilon^{th} = \varepsilon^{elas} + \varepsilon^{vp} + \varepsilon^{th} \quad (3.3)$$

$$R = \frac{\partial \rho\psi^*}{\partial r} = \frac{dW^p(r)}{dr} \quad (3.4)$$

$$Y_d = \frac{\partial \rho \psi^*}{\partial D_d} = \frac{1}{2} \sigma : \frac{\partial \tilde{\mathbf{E}}^{-1}}{\partial D_d} : \sigma \quad (3.5)$$

$$Y_c = \frac{\partial \rho \psi^*}{\partial D_c} = \frac{1}{2} \sigma : \frac{\partial \tilde{\mathbf{E}}^{-1}}{\partial D_c} : \sigma \quad (3.6)$$

où R représente l'érouissage isotrope, Y_d et Y_c les taux de restitution d'énergie par endommagement ductile et de fluage.

En faisant une hypothèse d'érouissage additif, le domaine de réversibilité du comportement est décrit par le critère de plasticité

$$f_p = \tilde{\sigma}_{eq} - R \leq 0 \quad (3.7)$$

où $\tilde{\sigma}_{eq}$ représente une contrainte équivalente effective définie ci-après. Il est rappelé que, par souci de simplicité, cette écriture néglige un éventuel érouissage cinématique ce qui limite a priori l'utilisation de ce modèle à des chargements quasi-monotones.

En faisant une hypothèse de viscoplasticité additive, le seuil de viscoplasticité s'écrit

$$f_{vp} = f_p - \sigma_v \leq \text{ou} \geq 0 \quad (3.8)$$

où σ_v représente la contrainte visqueuse.

Différentes hypothèses peuvent être faites pour définir la contrainte équivalente effective $\tilde{\sigma}_{eq}$, fonction des deux variables d'endommagement. Une première hypothèse, classique, consiste à utiliser le principe d'équivalence en déformation [LC96]. Une autre hypothèse, que nous avons retenue, est basée sur l'hypothèse que le critère de plasticité du matériau, endommagé ou non, correspond à un critère en énergie élastique déviatorique (ou énergie élastique de cisaillement). Appliquée au matériau non endommagé, cette hypothèse conduit au critère de Von Mises standard. Appliquée au matériau endommagé tel que défini par les relations 3.1 à 3.3, cette hypothèse conduit à l'expression suivante :

$$\tilde{\sigma}_{eq} = \sqrt{\frac{\sigma : \tilde{\mathbf{M}} : \sigma}{(1 - D_d)(1 - D_c)}} \quad (3.9)$$

où $\tilde{\mathbf{M}}$ prend la forme suivante dans le repère des contraintes principales

$$\tilde{\mathbf{M}} = \begin{bmatrix} \frac{1+\nu(1-D_c)}{1+\nu} & \frac{D_c - [1+\nu(1-D_c)]}{2(1+\nu)} & \frac{D_c - [1+\nu(1-D_c)]}{2} \\ sym & (1 - D_c) & -\frac{1-D_c}{2} \\ sym & sym & (1 - D_c) \end{bmatrix}_{\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}} \quad (3.10)$$

Dans le cas non-endommagé, $D_d = D_c = 0$, la contrainte équivalente $\tilde{\sigma}_{eq}$ est égale à la contrainte de Von Mises alors que dans le cas d'un endommagement isotrope seul, $D_c = 0$, elle prend la forme

$$\tilde{\sigma}_{eq} = \frac{\sigma_{eq}^{VonMises}}{\sqrt{1 - D_d}} \quad (3.11)$$

3.2.3 Lois d'évolution des variables de plasticité

Les lois évolutions de ε^{vp} et r sont classiquement déduites d'un pseudo-potentiel de dissipation viscoplastique Ω par une loi de normalité généralisée

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = \frac{\partial \Omega}{\partial \sigma} = \frac{\partial \Omega}{\partial \tilde{\sigma}_{eq}} \frac{\partial \tilde{\sigma}_{eq}}{\partial \sigma} \quad (3.12)$$

$$\dot{r} = -\frac{\partial \Omega}{\partial R} \quad (3.13)$$

Le choix classique de Ω tel que

$$\Omega = \frac{K}{n+1} \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R}{K} \right\rangle^{n+1} \quad (3.14)$$

conduit aux expressions suivantes

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R}{K} \right\rangle^n \frac{\partial \tilde{\sigma}_{eq}}{\partial \sigma} = \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R}{K} \right\rangle^n \frac{\tilde{\mathbf{M}} : \sigma}{\tilde{\sigma}_{eq}(1 - D_d)(1 - D_c)} \quad (3.15)$$

$$\dot{r} = \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R}{K} \right\rangle^n \quad (3.16)$$

où K et n sont des paramètres matériau dépendant de la température. Cette dernière relation et la relation 3.8 conduisent à l'expression suivante de la contrainte visqueuse

$$\sigma_v = K \dot{r}^{\frac{1}{n}} \quad (3.17)$$

Pour une taille de grain donnée, nous avons choisi pour la loi d'évolution de l'écrouissage R la forme classique suivante

$$\dot{R}(r) = b(R_\infty - R)\dot{r} \text{ avec } R(0) = \sigma_Y \quad (3.18)$$

ce qui, par intégration conduit à l'expression

$$R = R_\infty (1 - e^{-br}) + \sigma_Y \quad (3.19)$$

où σ_Y , R_∞ et b sont des paramètres matériau dépendant de la température. Cette loi d'évolution dépend a priori de la taille courante d_g des grains austénitiques, Il est bien connu que la limite d'élasticité et la capacité d'écrouissage d'un métal sont en général d'autant plus élevées que la taille des grains du matériau est faible. Nous proposons donc de rendre compte de ce couplage entre taille courante d_g des grains austénitiques et mécanismes de plasticité en modifiant la loi d'évolution de l'écrouissage R de la manière suivante (inspirée du modèle de Hall et Petch)

$$\dot{R} = b(R_\infty - R)\dot{r} \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right) \text{ avec } R(0) = \sigma_Y \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right) \quad (3.20)$$

ce qui, par intégration conduit à l'expression

$$R = (R_\infty (1 - e^{-br}) + \sigma_Y) \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right) \quad (3.21)$$

où k_1 , k_2 et α sont des paramètres matériau dépendant de la température.

3.2.4 Evolution de l'endommagement intragranulaire ductile

Les mécanismes d'endommagement intragranulaire à haute température se font par germination, croissance et coalescence de microcavités à partir d'inclusions comme dans le cas de l'endommagement ductile à température plus basse [FPZ93]. Nous proposons donc de modéliser l'évolution de l'endommagement intragranulaire avec le modèle proposé par J. Lemaitre [Lem96] tel que

$$\dot{D}_d = \left(\frac{Y_d}{S_d} \right)^{s_d} \dot{r} H(p - p_d) \quad (3.22)$$

où S_d et s_d sont des paramètres matériau dépendant de la température, et où $H(\cdot)$ représente la fonction de Heaviside. Le seuil d'endommagement ainsi introduit pourrait être écrit en terme d'énergie stockée [Lem96]. Par souci de simplicité, nous avons choisi de le définir sous la forme d'une valeur seuil, p_d , de la déformation plastique cumulée p elle-même définie par

$$p = \int_0^t \dot{p} dt \quad \text{et} \quad \dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}^{vp} : \dot{\epsilon}^{vp}} \quad (3.23)$$

Le taux de restitution d'énergie par endommagement ductile Y_d déduit de l'équation 3.5 a pour expression

$$Y_d = \frac{1}{2E(1 - D_d)^2} \left(\frac{\sigma_I^2}{1 - D_c} + \sigma_{II}^2 + \sigma_{III}^2 - 2\nu (\sigma_I \sigma_{II} + \sigma_I \sigma_{III} + \sigma_{II} \sigma_{III}) \right) \quad (3.24)$$

Dans le cas d'un endommagement isotrope seul, $D_c = 0$, cette expression est la même que celle donnée par J. Lemaitre [LC96] et peut être réécrite en fonction du taux de triaxialité des contraintes τ , égal au rapport de la contrainte équivalente σ_{eq} sur la contrainte hydrostatique $\sigma_H = \frac{1}{3} \text{trace}(\sigma)$

$$Y = \frac{\sigma_{eq}^2}{2E(1 - D)^2} \left(\frac{2}{3}(1 + \nu) + 3(1 - 2\nu) \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_H} \right)^2 \right) \quad (3.25)$$

3.2.5 Evolution de l'endommagement intergranulaire de fluage

Une loi d'endommagement classiquement utilisée en fluage est la loi de Kachanov [Kac86]:

$$\dot{D} = \left(\frac{\sigma_v}{A(1 - D)} \right)^r \quad (3.26)$$

où σ_v représente la contrainte visqueuse, A et r des paramètres matériau dépendant de la température. Par analogie, nous proposons l'expression suivante de la loi d'évolution de l'endommagement de fluage intergranulaire

$$\dot{D}_c = \left(\frac{Y_c}{S_c} \right)^{s_c} \quad (3.27)$$

où S_c et s_c sont des paramètres matériau dépendant de la température. Le taux de restitution d'énergie par endommagement de fluage Y_c déduit de l'équation 3.6 a pour expression

$$Y_c = \frac{1}{2E(1 - D_d)} \left(\frac{\sigma_I^2}{(1 - D_c)^2} \right) \quad (3.28)$$

ce qui permet d'écrire

$$\dot{D}_c = \left(\frac{\sigma_I^2}{2S_c E(1 - D_d)(1 - D_c)^2} \right)^{s_c} \quad (3.29)$$

Dans le cas d'un endommagement de fluage seul, $D_d = 0$, cette expression est la même expression sans seuil que celle proposée par Kachanov avec

$$A = \sqrt{2ES_c} \text{ et } r = 2s_c \quad (3.30)$$

Cette loi d'évolution de l'endommagement intergranulaire ne dépend que de la contrainte principale maximale et non du taux de triaxialité des contraintes comme celle de l'endommagement ductile. Une validation expérimentale de cette forme de la loi d'endommagement dit de fluage reste à faire.

L'étude métallurgique objet du Chapitre 2 de ce mémoire a permis d'établir que la présence et l'évolution d'un endommagement dit de fluage dans la nuance B est corrélée à la taille de grain limite -utilisée comme indicateur de l'état microstructural du matériau qui contrôle à la fois la croissance de grain et l'endommagement au joint de grain-. Il est donc naturel de postuler que le coefficient S_c dépend de la taille de grain limite d_g^{lim} .

3.3 Identification quantitative

3.3.1 Stratégie

La loi de comportement élasto-viscoplastique à écrouissage isotrope couplée à deux mécanismes d'endommagement présentée ci-dessus comporte au total 16 paramètres à identifier en fonction de la température: 1 pour la dilatation thermique supposée isotrope (δ), 2 pour l'élasticité (E et ν), 2 pour la viscosité (K et n), 3 pour l'écrouissage (R_∞ , b , σ_Y), 3 pour rendre compte de l'effet de la taille de grain sur le comportement (k_1 , k_2 , α), 3 pour l'endommagement ductile (S_d , s_d , p_d) et 2 pour l'endommagement de fluage (S_c, s_c). Ce modèle de comportement mécanique est couplé à la loi de croissance du grain déjà présentée et identifiée pour les nuances A et B en Chapitre 2.

L'identification des paramètres a été réalisée à partir de résultats d'essais unidimensionnels. Dans ces conditions la loi de comportement complète prend la forme suivante :

$$\dot{d}_g = b_0 \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \left\langle d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W}{RT}\right) - d_g \right\rangle \quad (3.31)$$

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^{elas} + \dot{\epsilon}^{vp} \quad (3.32)$$

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{\sigma \sqrt{\frac{1+\nu(1-D_c)}{(1+\nu)(1-D_d)(1-D_c)}} - (R_\infty (1 - e^{-br}) + \sigma_Y) \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right)}{K} \right)^n \quad (3.33)$$

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \dot{\epsilon} \sqrt{\frac{1 + \nu(1 - D_c)}{(1 + \nu)(1 - D_d)(1 - D_c)}} \quad (3.34)$$

$$\dot{\epsilon}^{elas} = \frac{d\left(\frac{\sigma}{E}\right)}{dt} \quad (3.35)$$

$$\dot{D}_d = \left(\frac{\sigma^2}{2E(1 - D_c)(1 - D_d)^2 S_d} \right)^{s_d} \dot{\epsilon} H(p - p_d) \quad (3.36)$$

$$\dot{D}_c = \left(\frac{\sigma^2}{2E(1 - D_d)(1 - D_c)^2 S_c (d_g^{lim})} \right)^{s_c} \quad (3.37)$$

Le domaine de validité de ce modèle est limité aux températures élevées pour lesquelles l'acier 16MND5 est dans le domaine austénitique avec un comportement viscoplastique endommageable. Cependant, pour réaliser les calculs de structure envisagés (e.g. une cuve complète soumise à un chargement thermo-mécanique représentatif d'un accident grave, à partir d'un état correspondant aux conditions normales en service), il est nécessaire de modéliser le comportement du matériau à plus basse température et en particulier pendant le changement de phase. Une telle modélisation devrait être envisagée avec un modèle prenant explicitement en compte l'existence de plusieurs phases (austénitique à basse température, bainitique voire martensitique à basse température) et les mécanismes (tels que la plasticité de transformation) liés au changement de phase [Cor01]. Comme précisé dans le Chapitre 1 de ce mémoire, cette étude a été volontairement limitée aux aspects aléatoires du comportement à haute température. Nous avons donc (pour les besoins des simulations présentées en fin de ce chapitre) fait l'hypothèse que le domaine de validité du modèle développé pour le comportement à haute température pouvait être extrapolé jusqu'à la température ambiante. Les hypothèses simplificatrices induites par cette extrapolation (en particulier pour la modélisation du changement de phase) sont les suivantes :

- les mécanismes d'élasticité, de viscosité, de plasticité et d'écrouissage sont supposés modélisables par le même modèle dont les paramètres évoluent continûment en fonction de la température de 20 et 1300°C ;
- le mécanisme d'endommagement ductile est supposé modélisable par le même modèle dont les paramètres évoluent continûment en fonction de la température de 20 et 1300°C (alors que le mécanisme d'endommagement intergranulaire est supposé ne pouvoir exister qu'en phase austénitique) ;
- le changement de phase n'est pris en compte qu'à travers l'évolution de la dilatation thermique écrite sous la forme classique suivante ;

$$\dot{\epsilon}^{th} = \delta(T)(T - T_{ref}) \mathbf{Id} \quad (3.38)$$

où $\delta(T)$ représente le coefficient de dilatation thermique sécant.

Nous avons regroupé dans les tableaux 3.1 et 3.2 l'ensemble des essais mécaniques (traction, fluage et relaxation, pour différentes températures et différentes nuances -A, B, C- de matériau) réalisés au cours d'études précédentes ([Dev94] [GBM⁺99] [WC96] [CB95] [BCL99] [GRRC95] [GR96] [GV02] [Ses98]) et dont les résultats ont été rassemblés au cours de cette étude. Nous avons de nombreux essais disponibles, toutefois, la répartition selon la température et le matériau n'est pas homogène. Les essais disponibles à haute température qui nous intéressent le plus, soit entre 900°C et 1300°C, sont au nombre de 89, essentiellement à 900°C et 1000°C. Ce sont surtout des essais de fluage, traction et relaxation sur la nuance A et quelques essais de fluage -seulement- sur les nuances B et C, alors que ce sont ces deux nuances qui présentent de l'endommagement intergranulaire.

Le nombre et la nature des essais pour certaines températures et nuances étant insuffisants pour faire une identification complète pour chaque nuance, nous avons émis les hypothèses suivantes :

- pour les températures inférieures à la température de fin de changement de phase austénitique ($\simeq 850^\circ\text{C}$), le comportement mécanique est supposé identique quelle que soit la nuance de 16MND5 ;
- en phase austénitique, le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement dépendent de la nuance et de l'état microstructural actuel du matériau, respectivement caractérisés par la taille de grain limite d_g^{lim} et la taille de grain courante d_g .

La base de données expérimentale disponible a donc été exploitée pour l'identification des paramètres de la loi de comportement mécanique de la manière suivante :

- l'évolution en fonction de la température du coefficient de dilatation $\delta(T)$ a été identifiée à partir de l'essai de dilatation donné en Chapitre 1 ;
- le coefficient de Poisson (ν) est supposé indépendant de la température ;
- pour les températures de 20 à 1300°C, l'identification des paramètres ($E, K, n, R_\infty, b, \sigma_Y$) liés au comportement élasto-viscoplastique à écrouissage isotrope a été réalisée à partir des résultats d'essais de traction, relaxation et fluage sur la nuance A ;
- pour les températures de 500 à 1300°C, l'identification des paramètres (S_d, s_d, p_d) liés à l'endommagement ductile intragranulaire a été réalisée à partir des résultats d'essais de fluage sur la nuance A ;
- pour les températures de 850 à 1300°C, l'identification des paramètres (k_1, k_2, α) liés à l'effet de la taille de grain d_g sur le comportement viscoplastique a été réalisée à partir des résultats d'essais de fluage sur les nuances A et B (lorsque le mécanisme d'endommagement intergranulaire n'est pas activé, de 1000 à 1300°C éventuellement après traitement thermique ad hoc) ;
- pour les températures de 900 et 1000°C, l'identification des paramètres (S_c, s_c) liés à l'endommagement de fluage intergranulaire a été réalisée à partir des résultats d'essais de fluage sur les nuances B et C (qui présentent un trou de ductilité semblable) ;
- pour les températures de 900 et 1000°C, l'identification du paramètre (S_c) lié à l'effet de la taille de grain limite d_g^{lim} sur les mécanismes d'endommagement a été réalisée à partir des résultats d'essais de fluage sur les nuances A et B (dont les mécanismes d'endommagement menant à rupture sont différents).

Toutes ces informations sont résumées dans les tableaux 3.1 et 3.2 où les paramètres identifiés à partir des résultats de chaque essai sont précisés.

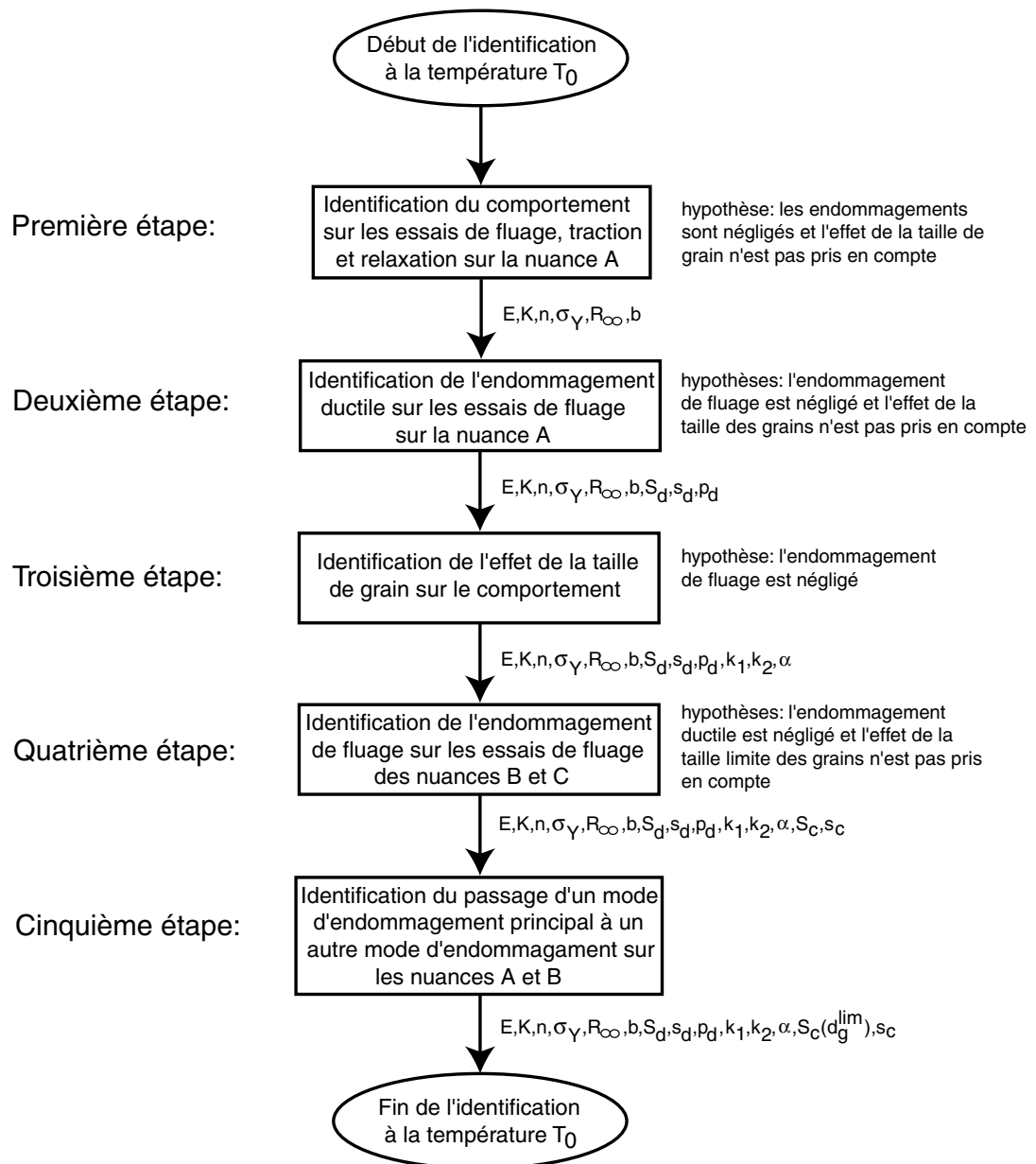


Figure 3.5 – *Algorithme d'identification de la loi de comportement.*

Quant à la stratégie globale d'identification, nous avons utilisé la procédure classique qui consiste d'abord à identifier le modèle pour chaque température puis à vérifier la cohérence de l'évolution en fonction de la température de la valeur de chaque paramètre matériau. L'algorithme général utilisé pour une température donnée est résumé en Figure 3.5, certaines étapes n'existant que pour certaines températures :

- pour les températures strictement inférieures à 500°C, les étapes 2 à 5 sont supprimées ;
- pour les températures comprises entre 500°C et 800°C, les étapes 3 à 5 sont

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

supprimées ;

- pour les températures de 900°C et 1000°C, toutes les étapes sont prises en compte ;
- pour les températures supérieures ou égales à 1100°C, les étapes 4 et 5 sont supprimées.

En pratique, les identifications ont été faites en utilisant l'environnement matlab [Mat] et plus précisément la fonction d'optimisation *fminsearch* basée sur l'algorithme de Nelder-Mead [NM65]. Chacune des étapes est décrite dans les paragraphes suivants.

T (°C)	Nuance	Essais	Nbre	Commentaires	Paramètres identifiés
20	A	traction	1	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$E, K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
200	A	traction	1	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$E, K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
400	A	traction	1	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$E, K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
500	A	traction	1	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	E
500	A	fluage	6	$\sigma = 325; 360; 385$ $400; 425; 425\text{MPa}$	$K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
600	A	traction	1	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	E
600	A	fluage	4	$\sigma = 115; 150; 190$ 248MPa	$K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
700	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
700	A	fluage	4	$\sigma = 25; 40; 70$ 90MPa	$K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
700	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E
800	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 1.7 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
800	A	fluage	4	$\sigma = 18; 25; 43; 65\text{MPa}$	$K, n, R_{\infty}, b, \sigma_Y$
800	C	fluage	7	$\sigma = 18; 20(*2)$ $25(*2); 50(*2)\text{MPa}$	-
800	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E

Tableau 3.1 – Ensemble des essais mécaniques de 20 à 800°C disponibles pour l'identification

3.3. Identification quantitative

T(°C)	Nuance	Essai	Nbre	Commentaires	Paramètres identifiés
900	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
900	A	fluage	4	$\sigma = 13; 20; 28; 35\text{MPa}$	$K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$
900	A	fluage	15	$\sigma = 15; 26; 35\text{MPa}$ $d_g = 25; 80; 300; 400; 575\mu\text{m}$	-
900	B	fluage	2	$\sigma = 13; 35\text{MPa}$	S_c, s_c
900	C	fluage	5	$\sigma = 13(*2); 20; 28(*2)\text{MPa}$	S_c, s_c
900	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E
1000	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
1000	B	traction	1	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	-
1000	A	fluage	4	$\sigma = 9.5; 15.1; 17.1; 26\text{MPa}$	$K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$
1000	A	fluage	15	$\sigma = 9; 15; 26\text{MPa}$ $d_g = 25; 80; 300; 400; 575\mu\text{m}$	-
1000	B	fluage	1	$\sigma = 17; 26\text{MPa}$	k_1, k_2, S_c, s_c
1000	C	fluage	5	$\sigma = 10(*2); 15; 20(*2)\text{MPa}$	S_c, s_c
1000	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E
1100	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
1100	A	fluage	4	$\sigma = 4; 5.5; 9; 16\text{MPa}$	$K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$
1100	B	fluage	2	$\sigma = 5.5; 9\text{MPa}$	k_1, k_2
1100	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E
1200	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
1200	A	fluage	4	$\sigma = 2.4; 3; 4.5; 9\text{MPa}$	$K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$
1200	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E
1300	A	traction	3	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4}; 1.0 \cdot 10^{-3}$ $5.0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	E
1300	B	traction	1	$\dot{\epsilon} = 2.0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	-
1300	A	fluage	5	$\sigma = 0.8; 1.5; 2.4; 3; 4\text{MPa}$	$K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$
1300	B	fluage	1	$\sigma = 3\text{MPa}$	k_1, k_2
1300	A	relaxation	1	$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en 10s	E

Tableau 3.2 – Ensemble des essais mécaniques de 900 à 1300°C disponibles pour l'identification

3.3.2 Comportement élasto-viscoplastique

L'évolution en fonction de la température du coefficient de dilatation $\delta(T)$ a été identifiée à partir de l'essai de dilatation commenté en Chapitre 1. Les résultats bruts de cet essai et l'évolution du coefficient de dilatation ainsi identifié sont donnés en Figure 3.6 et 3.7.

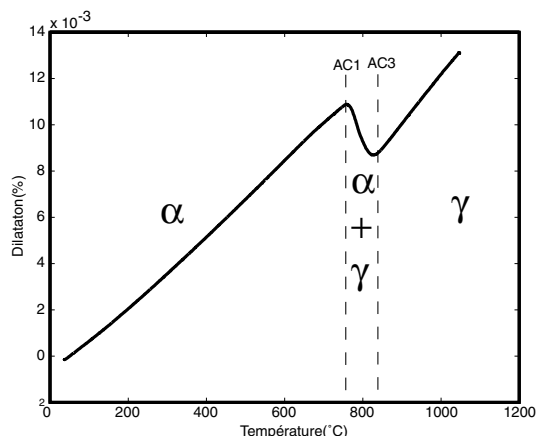


Figure 3.6 – Essai de dilatation au chauffage.

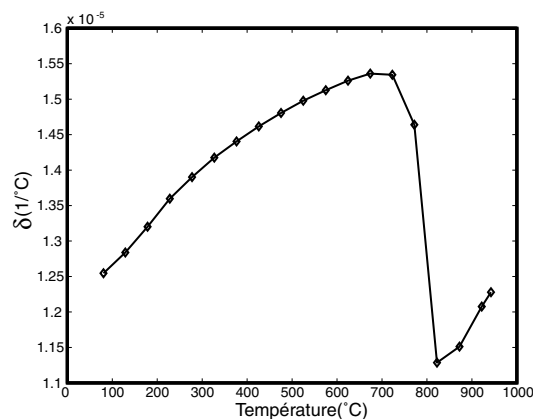


Figure 3.7 – Evolution en température du coefficient de dilatation δ .

Les paramètres $(E, \nu, K, n, R_\infty, b, \sigma_Y)$ liés au comportement élasto-viscoplastique ont été identifiés sur l'ensemble des essais réalisés de 20 à 1300°C sur la seule nuance A. Ce choix est motivé par la diversité et le nombre important de résultats d'essais disponibles sur cette nuance de 16MND5. Cependant, nous n'avons pas identifié tous ces paramètres en même temps sur tous les essais.

Le coefficient de Poisson, ν , a été choisi égal à 0.3 quelle que soit la température.

Nous avons choisi d'identifier classiquement le module d'Young, E , sur les essais de traction. Son évolution en fonction de la température est donnée en Figure 3.8, où nous avons également reporté les données existantes à EDF [DW94] et au CEA [NCC97]:

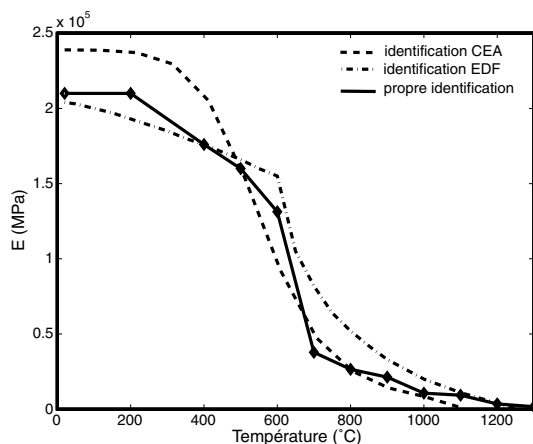


Figure 3.8 – Evolution du module d'Young.

Les durées des essais de fluage sont comprises entre 1 et 100 heures ce qui correspond à des vitesses de déformation comprises entre 10^{-6} et 10^{-4} s $^{-1}$, alors que les vitesses de déformation lors des essais de traction et de relaxation sont comprises entre $2.0 \cdot 10^{-4}$ et $5.0 \cdot 10^{-3}$ s $^{-1}$. Compte tenu de l'application visée, accident grave avec des sollicitations de longue durée, les paramètres de viscosité et d'écroutissage, $K, n, R_\infty, b, \sigma_Y$, ont été identifiés uniquement à partir des résultats d'essais de fluage, et plus précisément des vitesses de fluage secondaire, les résultats des essais de traction et de relaxation n'ayant été utilisés que comme essais de validation.

Tous les essais de fluage sur la nuance A ont été réalisés avec la même histoire thermique i.e. avec un temps de maintien de la température avant le début de l'essai assez long pour garantir que la taille de grain en cours d'essai est constante et égale à la taille de grain limite caractéristique de cette température. L'identification du comportement élasto-viscoplastique à chaque température a donc été faite en ignorant l'influence de la taille de grain. L'effet de la taille de grain sur le comportement a été identifié ultérieurement en comparant, pour chaque température, les vitesses de déformation des nuances A et B (dont les tailles de grain sont différentes).

Les paramètres $K, n, R_\infty, b, \sigma_Y$, ont donc été identifiés par minimisation -avec la fonction *fminsearch* de matlab [Mat]- de l'erreur construite sur les vitesses de fluage secondaire. Cette erreur a été définie de la forme suivante

$$erreur = \sum_{i=1}^{\text{nbre essais}} \frac{(\dot{\epsilon}_{i_{exp}}^S - \dot{\epsilon}_{i_{sim}}^S)^2}{(\dot{\epsilon}_{i_{exp}}^S)^2} \quad (3.39)$$

où $\dot{\epsilon}_{i_{exp}}^S$ représente la vitesse de fluage secondaire expérimentale au cours de l'essai i et $\dot{\epsilon}_{i_{sim}}^S$ la vitesse de fluage secondaire calculée avec les paramètres que nous cherchons à identifier. La vitesse de fluage secondaire expérimentale au cours de l'essai i , $\dot{\epsilon}_{i_{exp}}^S$, correspond au temps t_s et à la déformation ϵ_s pour lesquels la vitesse de déformation est minimale. La vitesse de fluage secondaire calculée, $\dot{\epsilon}_{i_{sim}}^S$, correspond à la vitesse de déformation calculée -en négligeant les déformations élastiques, les endommagements et l'effet de la taille des grains- pour la déformation ϵ_s , à partir des équations 3.33 et 3.34

$$\dot{\epsilon}_{i_{sim}}^S = \left(\frac{\sigma_i(1 + \epsilon^S) - R_\infty(1 - e^{-b\epsilon^S}) - \sigma_Y}{K} \right)^n \quad (3.40)$$

où $\sigma_i = \frac{F_i}{Section(t=0)}$ représente la contrainte au début de l'essai i à effort constant et $\sigma_i(1 + \epsilon^S)$ la contrainte vraie tenant compte de la réduction de section.

Pour faciliter la convergence de l'algorithme, nous avons filtré les données expérimentales lorsque cela était nécessaire et nous avons fait les hypothèses suivantes :

- nous n'avons considéré que la partie avant striction, i.e. avant le maximum de l'effort mesuré, des essais de traction ;
- pour le paramètre d'écroutissage R_∞ et la limite d'élasticité σ_Y , nous nous sommes inspirés des valeurs données par M. Martinez [Mar99] -plus faibles que celles données par EDF [DW94] et identifiées uniquement à partir d'essais de traction- ;

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

- le paramètre d'écouissage b a été choisi de telle manière que l'écouissage ne soit pas totalement saturé à la fin du fluage secondaire; ainsi, dans la phase de fluage tertiaire, l'augmentation de la vitesse de déformation apparaît essentiellement due à l'endommagement et non à l'augmentation de la contrainte -compensée par l'augmentation d'écouissage-;
- l'ordre de grandeur de la valeur de l'exposant de viscosité n a été identifiée à partir de la valeur de l'exposant N de la loi de Norton; les valeurs de l'exposant de Norton identifiées pour chaque température est donnée en Figures 3.9 et 3.10;
- pour les températures de 20, 200 et 400°C, la valeur de n a été prise égale à la valeur identifiée pour 600°C; ce choix résulte du fait que la viscosité du matériau devenant négligeable à basse température, la valeur de n identifiée pour ces températures est très élevée, ce qui est illustré par l'équation 3.40 réécrite de la façon suivante :

$$\sigma = \sigma_Y + R_\infty (1 - e^{-b\epsilon^{vp}}) + K\dot{\epsilon}_p^{\frac{1}{n}} \quad (3.41)$$

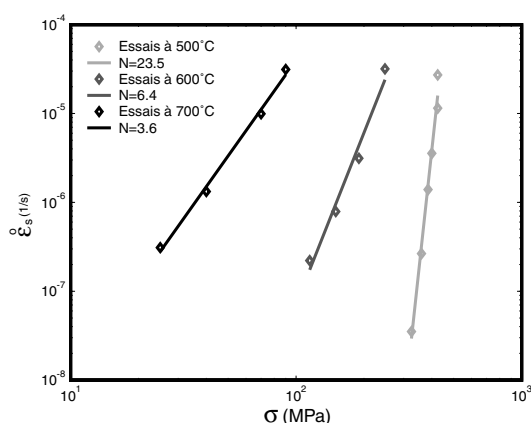


Figure 3.9 – Vitesses de fluage secondaire fonction de la contrainte de 500 à 700°C.

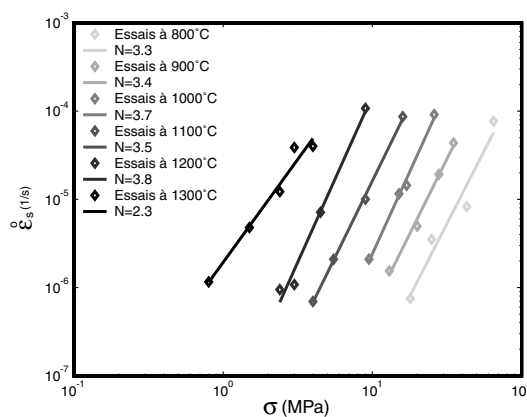


Figure 3.10 – Vitesses de fluage secondaire fonction de la contrainte de 800 à 1300°C.

La même stratégie d'identification a été utilisée pour les températures de 500 à 1300°C. L'identification du comportement élasto-viscoplastique à écouissage isotrope sans endommagement à 1000°C est illustrée par les Figures 3.11 à 3.17 où sont comparées les courbes de traction, relaxation ou fluage, expérimentales et simulées avec les paramètres identifiés.

Les simulations apparaissent moins satisfaisantes pour les valeurs extrêmes des vitesses de déformation, soit pour la plus basse contrainte appliquée en fluage et pour la plus grande vitesse de déformation appliquée lors des essais de traction (ou de relaxation). Ces différentes comparaisons illustrent donc les limites de ce modèle à un seul mécanisme d'écouissage et un seul mécanisme de viscosité lorsque l'on prétend représenter le comportement sur une très grande gamme de vitesses de déformation.

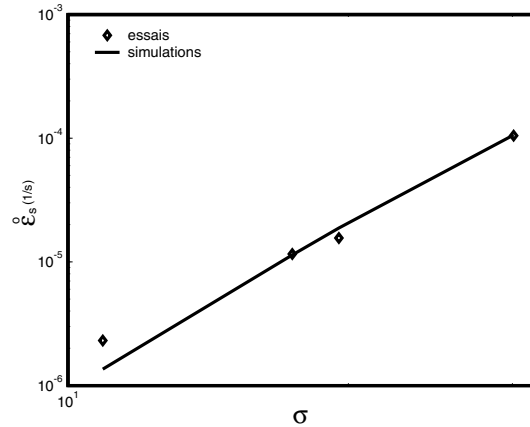


Figure 3.11 – Comparaison des vitesses de fluage secondaire expérimentales et simulées à 1000°C.

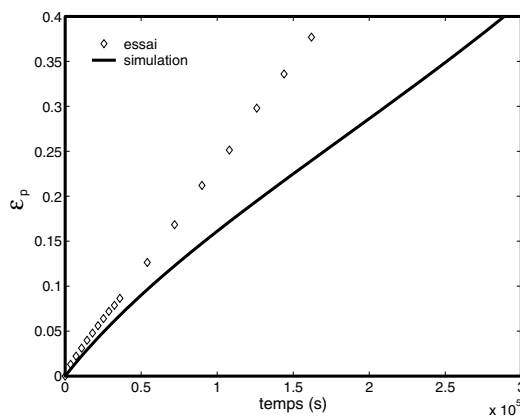


Figure 3.12 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 9.5MPa.

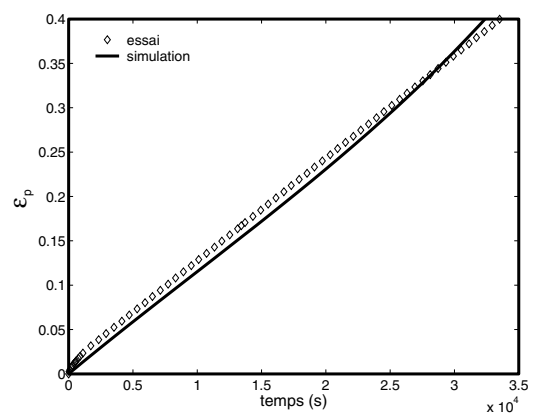


Figure 3.13 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 15.1MPa.

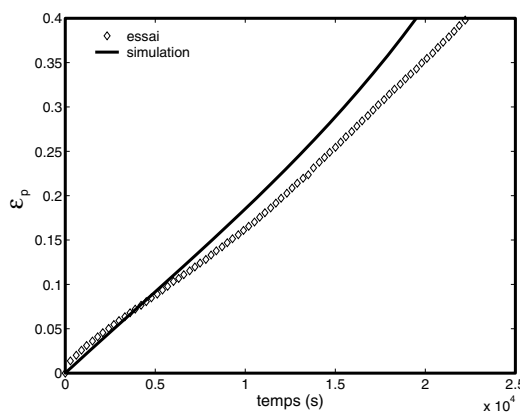


Figure 3.14 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.

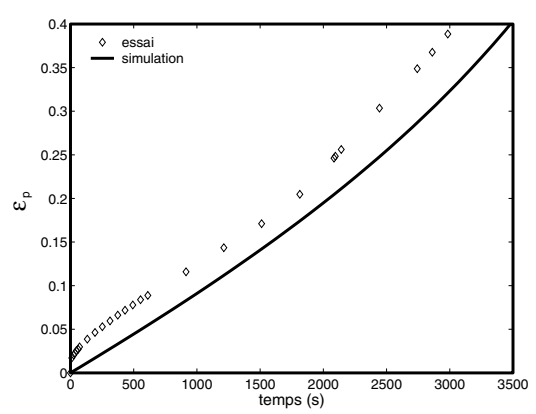


Figure 3.15 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de fluage à 1000°C et 26MPa.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

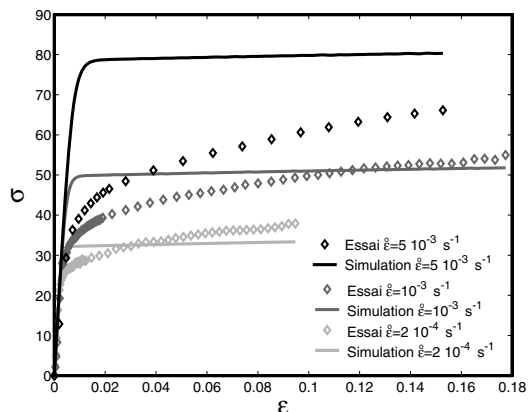


Figure 3.16 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour les essais de traction à 1000°C à différentes vitesses de déformation.

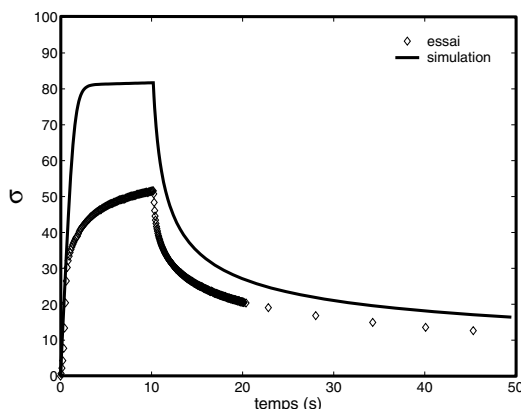


Figure 3.17 – Comparaison de l'expérience et de la simulation pour l'essai de relaxation à 1000°C.

La qualité de l'identification des paramètres $E, K, n, R_\infty, b, \sigma_Y$ aux autres températures est similaire. La "cohérence" entre ces identifications faites indépendamment à chaque température est illustrée par l'évolution (classique), de 20 à 1300°C, de ces paramètres en fonction de la température, donnée en Figures 3.18 à 3.23.

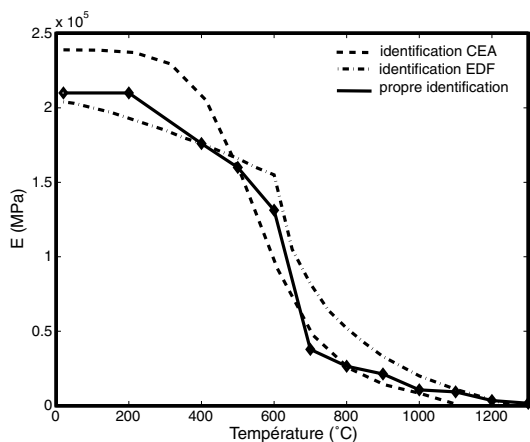


Figure 3.18 – Evolution du module d'Young E .

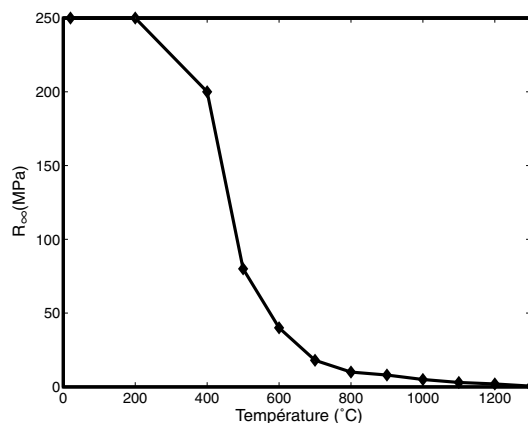
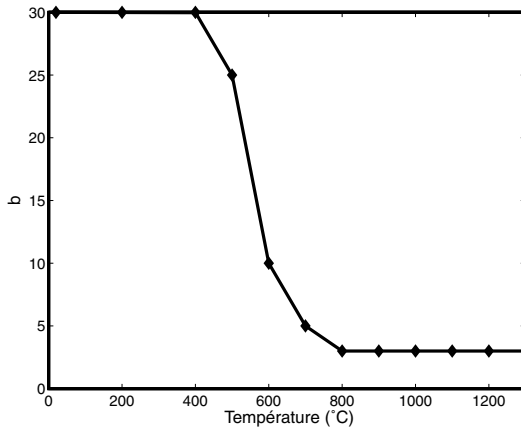
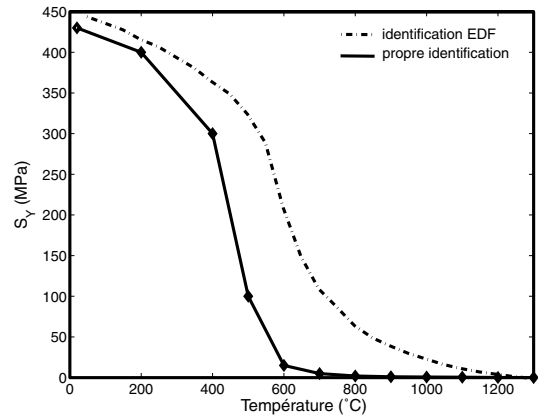
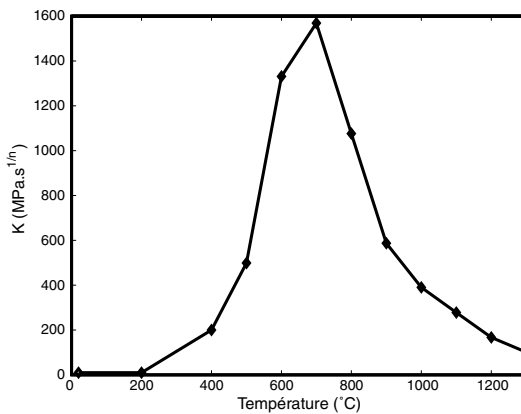
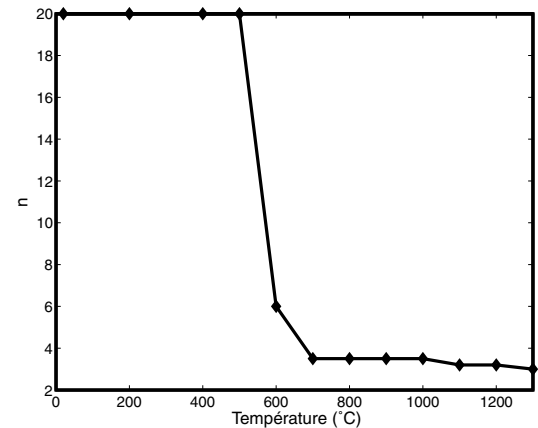


Figure 3.19 – Evolution de l'écroutissage à saturation R_∞ .

Figure 3.20 – Evolution du coefficient d'écroutissement b .Figure 3.21 – Evolution de la limite d'élasticité σ_Y .Figure 3.22 – Evolution du module de viscosité K .Figure 3.23 – Evolution de l'exposant de viscosité n .

3.3.3 Endommagement ductile

Contrairement au mécanisme d'endommagement de fluage intergranulaire, le mécanisme d'endommagement ductile est peu différent aux températures inférieures à AC_1 et en phase austénitique. Les paramètres S_d, s_d, p_d liés à l'endommagement ductile intragranulaire ont donc été identifiés de 500 à 1300°C. Pour les mêmes raisons que pour l'identification des paramètres liés au comportement en déformation, nous n'avons utilisé que les résultats des essais de fluage sur la nuance A.

Le paramètre p_d correspond au seuil de déformation viscoplastique à partir duquel l'endommagement ductile D_d commence à évoluer. Nous avons fait l'hypothèse que lors d'un essai de fluage ceci correspond à la déformation de début du fluage tertiaire. Cette dernière a été identifiée comme étant la déformation viscoplastique à partir de laquelle la vitesse de déformation devient supérieure à $1.20\epsilon^S$, où ϵ^S représente la vitesse de fluage secondaire égale au minimum de la vitesse de déformation en cours d'essai. Ce seuil est représenté en fonction de la contrainte pour tous les essais de fluage sur la nuance A en Figures 3.24 et 3.25. Pour une température donnée,

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

le seuil d'endommagement p_d apparaît non corrélé à la contrainte. Nous rappelons que ce seuil d'endommagement peut être relié à l'énergie stockée par écrouissage dans le matériau [Lem96]. La "rusticité" du modèle à un seul écrouissage isotrope utilisé dans le cadre de cette étude ne permettant pas une telle identification, nous avons choisi de considérer ce paramètre comme étant constant pour une température donnée et égal à la moyenne des valeurs identifiées aux différentes contraintes. Cette valeur apparaît maximale à 1000°C.

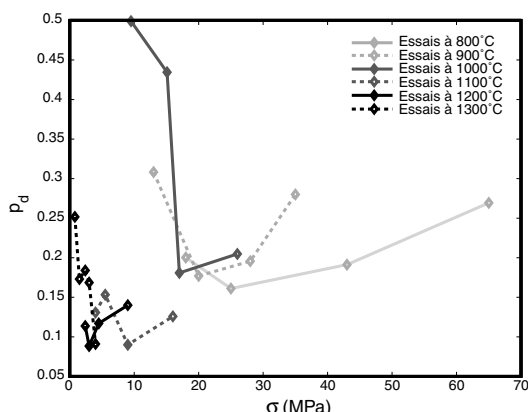


Figure 3.24 – *Seuil d'endommagement pour les essais de fluage de 800 à 1300°C pour la nuance A.*

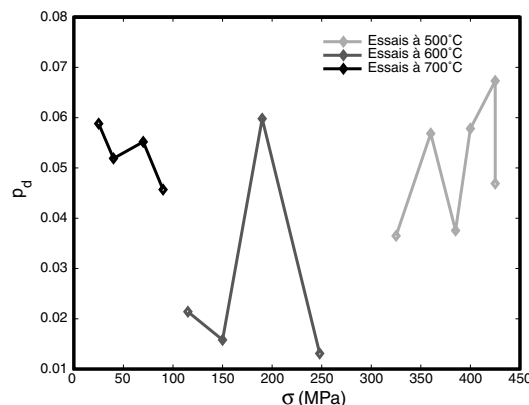


Figure 3.25 – *Seuil d'endommagement pour les essais de fluage de 500 à 700°C pour la nuance A.*

Pour identifier les paramètres S_d, s_d , nous avons utilisé le même algorithme d'optimisation de matlab [Mat] que pour identifier les paramètres du comportement. L'erreur que nous avons cherchée à minimiser est la suivante

$$erreur = \sum_{i=1}^{\text{nbre essais}} \frac{(t_{ri_{exp}} - t_{ri_{sim}})^2}{(t_{ri_{exp}})^2} \quad (3.42)$$

où $t_{ri_{exp}}$ représente le temps à rupture expérimental de l'essai i et $t_{ri_{sim}}$ le temps à rupture simulé. Ce dernier est défini comme le temps pour lequel la variable d'endommagement ductile D_d atteint la valeur critique de $D_{dc} = 0.98$. Le temps à rupture est calculé par intégration des différentes équations 3.32 à 3.36 de $t = 0$ à $t = t_{ri_{sim}}$ avec la fonction *ode45* de Matlab [Mat] qui utilise la méthode d'intégration numérique de Runge-Kutta au quatrième ordre.

Le résultat de l'identification des paramètres S_d, s_d, p_d à 1000°C est donné en Figures 3.26 à 3.29 où sont comparées, pour chaque niveau de contrainte, les courbes de fluage expérimentales et les courbes simulées. Les courbes de fluage simulées sont obtenues, comme pour le calcul de l'erreur lors de l'optimisation, par intégration des équations 3.32 à 3.36. Nous constatons une assez bonne qualité de la prévision des temps à rupture.

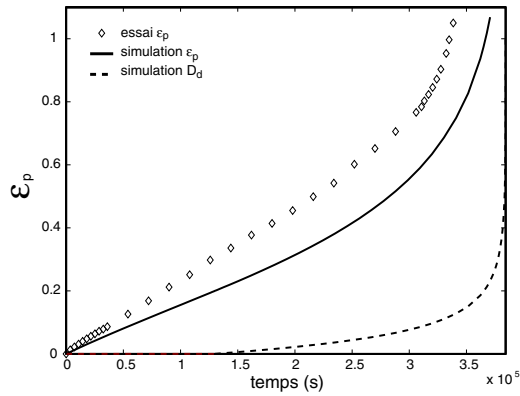


Figure 3.26 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 9.5MPa.*

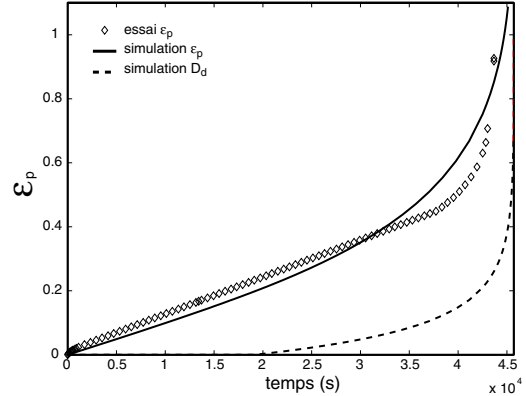


Figure 3.27 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 15.1MPa.*

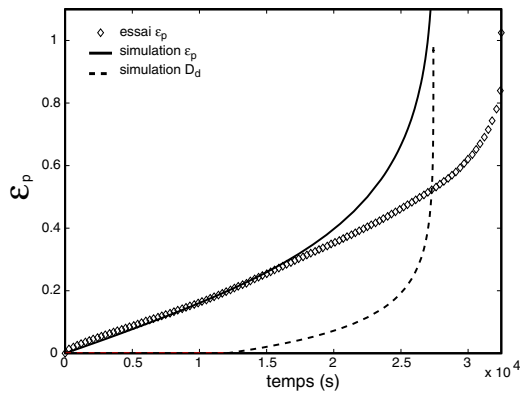


Figure 3.28 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.*

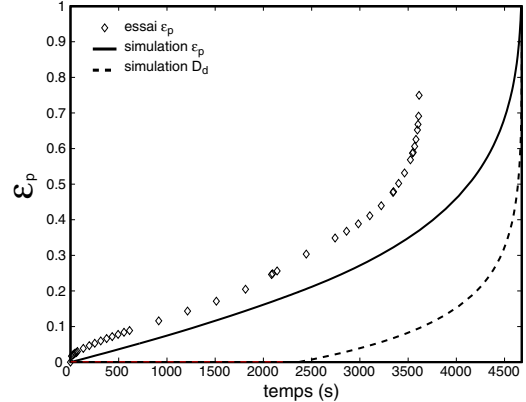


Figure 3.29 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement ductile intragranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 26MPa.*

La même méthode a été utilisée pour les températures de 500 à 1300°C, et l'évolution des paramètres S_d, s_d, p_d en fonction de la température est donnée en Figures 3.30 à 3.32.

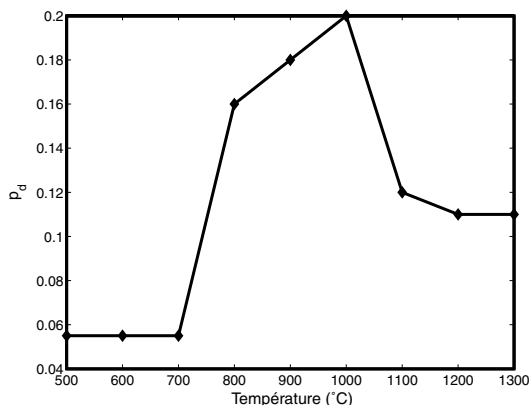


Figure 3.30 – Evolution du seuil d'endommagement p_d .

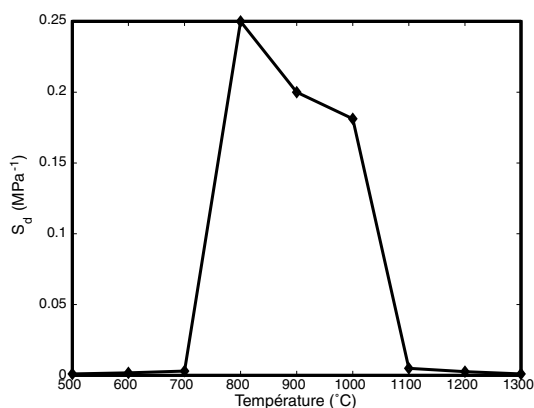


Figure 3.31 – Evolution du coefficient d'endommagement S_d .

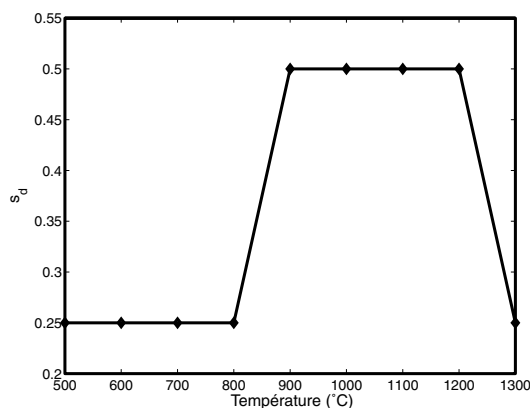


Figure 3.32 – Evolution de l'exposant d'endommagement s_d .

3.3.4 Effet de la taille de grain sur les vitesses de déformation

Nous rappelons que tous les essais de fluage sur la nuance A ont été réalisés de telle manière que la taille de grain en cours d'essai est constante et égale à la taille de grain limite caractéristique de cette température. Certains des essais réalisés sur la nuance B ont été réalisés dans les mêmes conditions. L'effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage secondaire est illustré sur la figure suivante, déjà présentée à la fin du Chapitre 2. A température et contrainte égale, la vitesse de fluage de la nuance B est plus faible que celle de la nuance A, alors que la taille de grain de la nuance B est plus petite que celle de la nuance A.

Cet effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage secondaire s'explique par l'effet de la taille de grain sur l'érouissage, comme le montre l'expression de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}^{vp}$ dans la direction de traction lors d'un essai de fluage à effort imposé $F_i = \sigma_i S_0$, -écrite dans le cas où l'endommagement intergranulaire D_c n'est pas actif- :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \frac{\dot{\gamma}}{\sqrt{1 - D_d}} \quad (3.43)$$

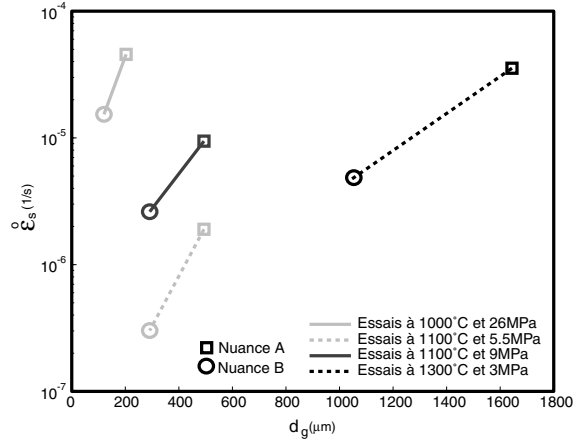


Figure 3.33 – Vitesse de fluage secondaire en fonction de la taille de grain -lorsque l'endommagement de fluage n'apparaît plus sur l'acier nuance B-.

où

$$\dot{r} = \left(\frac{\frac{\sigma_i(1+\epsilon)}{\sqrt{1-D_d}} - (R_\infty (1 - e^{-br}) + \sigma_Y) \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right)}{K} \right)^n \quad (3.44)$$

avec

$$d_g = d_g^{lim} \quad (3.45)$$

Cependant, les identifications des paramètres d'écouissage et d'endommagement ductile ne sont pas indépendantes. Le paramètre b a été choisi de telle manière que l'écouissage ne soit pas totalement saturé à la fin du fluage secondaire afin que, dans la phase de fluage tertiaire, l'augmentation de la vitesse de déformation apparaisse essentiellement due à l'endommagement et non à l'augmentation de la contrainte. Afin d'éviter le risque d'introduire des erreurs importantes sur les temps à rupture nous avons donc choisi d'identifier le facteur $f_g = k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha}$ à partir des courbes de fluage complètes et non à partir de la seule vitesse de fluage secondaire.

Lorsque nous avons identifié les paramètres du comportement $E, \nu, K, n, R_\infty, b, \sigma_Y$ et les paramètres de l'endommagement ductile S_d, s_d, p_d sur l'acier de nuance A, nous n'avons pas tenu compte de la taille de grain. Cela revient à faire l'hypothèse que le facteur $f_g = 1$ pour $d_g = d_{g\text{Nuance A}}$ soit $f_{g\text{Nuance A}} = 1$.

En faisant l'hypothèse que les paramètres $E, \nu, K, n, R_\infty, b, \sigma_Y, S_d, s_d, p_d$ sont indépendants de la nuance, il est facile d'identifier le facteur $f_g = f_{g\text{Nuance B}}$ pour chaque température. Déduire, pour chaque température, les valeurs des trois paramètres k_1, k_2, α à partir des deux valeurs $f_{g\text{Nuance A}}$ et $f_{g\text{Nuance B}}$ constitue un problème mal posé (trois inconnues pour deux équations) que nous avons résolu en imposant la valeur de α .

Les essais utilisés pour identifier cet effet de la taille de grain, pour les températures 1000, 1100 et 1300°C, sont rassemblés dans le tableau 3.4.

Le modèle de Hall et Petch

$$\sigma_Y = \sigma_i + \frac{k_i}{\sqrt{d_g}} \quad (3.46)$$

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

Temp. (°C)	σ (MPa)	Matériau nuance A			Matériau nuance B		
		Endomm. principal	d_g (μm) calculé	f_g	Endomm. principal	d_g (μm) calculé	f_g
1000	26	Intra.	235	1	Intra.	133	2
1100	5.5	Intra.	493	1	Intra.	291	2
1100	9	Intra.	493	1	Intra.	291	2
1300	3	Intra.	1644	1	Intra.	1036	6.5

Tableau 3.3 – Identification de l'effet de la taille de grain sur le comportement.

incite à choisir une valeur de l'exposant α égal à 1/2. Cependant, les valeurs des paramètres k_1, k_2 ont été identifiées -à partir de ces essais malheureusement en nombre très limité- en choisissant une valeur de l'exposant α égale à 2 afin que le facteur f_g ait une valeur positive même pour les tailles de grain les plus grandes.

La comparaison entre les résultats d'essais de fluage et les simulations avec prise en compte de l'effet de la taille de grain ainsi identifiée est donnée en Figures 3.34 à 3.37.

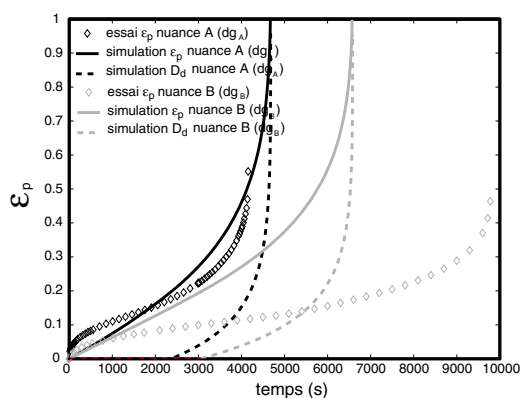


Figure 3.34 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1000°C et 26MPa.

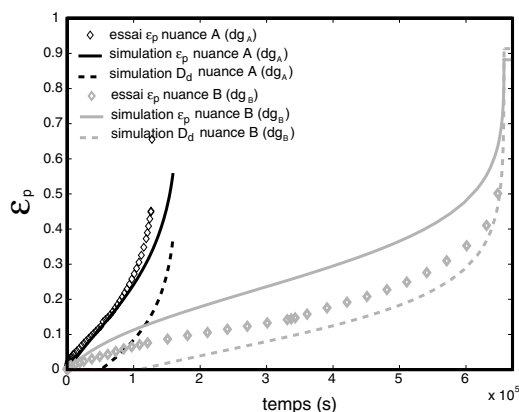


Figure 3.35 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1100°C et 5.5MPa.

A travers ces quatre comparaisons, l'introduction du paramètre f_g semble insuffisante pour prendre en compte l'effet de la taille de grain sur l'écroutissage et l'endommagement ductile. Cependant, les valeurs de k_1, k_2, α ont été identifiées en privilégiant la qualité des résultats dans le cas des plus faibles contraintes (cf. les Figures 3.35 et 3.36), ce qui conduit à des prévisions conservatives. L'évolution des paramètres k_1, k_2, α en fonction de la température est donnée en Figures 3.38 à 3.40. Ce sont ces valeurs qui seront utilisées dans le Chapitre 5 de ce mémoire.

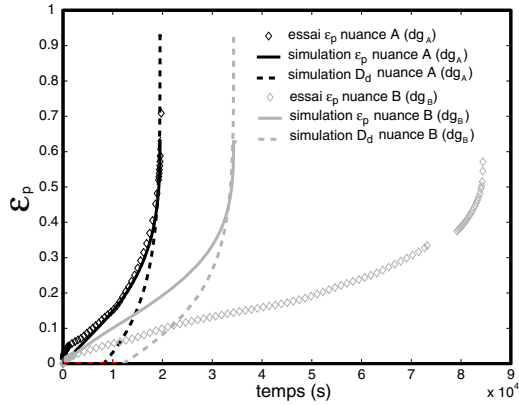


Figure 3.36 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1100°C et 9MPa.

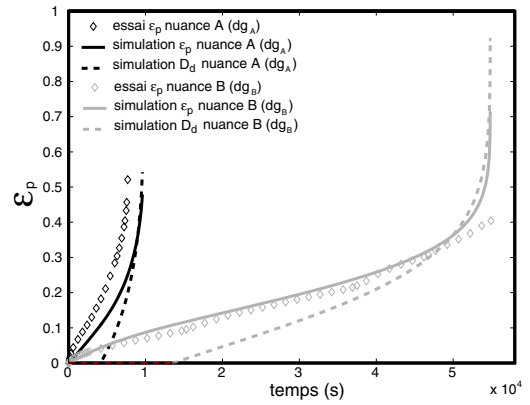


Figure 3.37 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec prise en compte de l'effet de la taille de grain pour les essais de fluage à 1300°C et 3MPa.

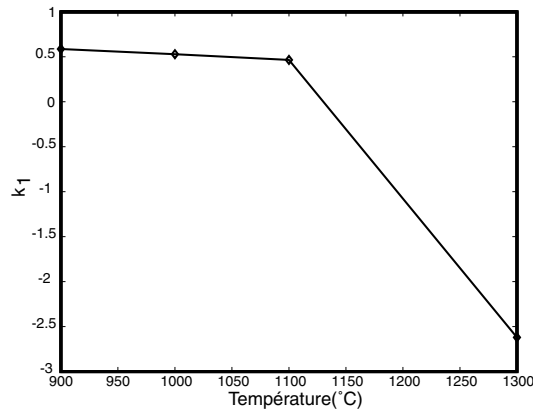


Figure 3.38 – Evolution du coefficient k_1 .

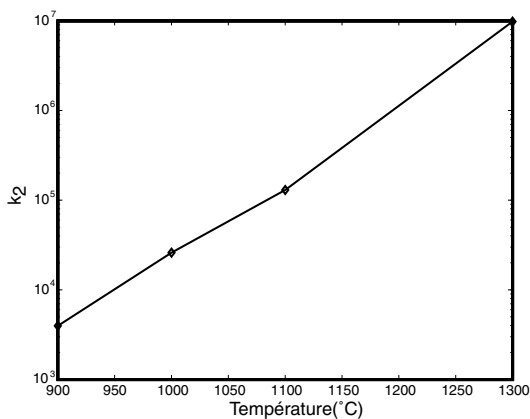


Figure 3.39 – Evolution du coefficient k_2 .

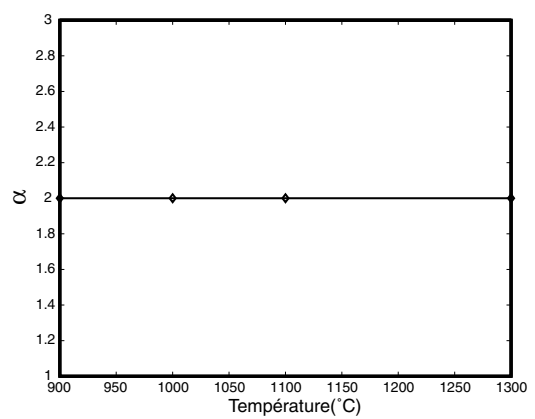


Figure 3.40 – Evolution de l'exposant α .

3.3.5 Endommagement de fluage

Les paramètres S_c, s_c liés à l'endommagement de fluage ont été identifiés à partir des essais de fluage sur les nuances B et C à 900 et 1000°C, pour lesquels la rupture

est "fragile" avec une faible striction et une phase de fluage tertiaire peu marquée. Nous avons à nouveau utilisé l'algorithme d'optimisation de matlab [Mat] et l'erreur que nous avons cherchée à minimiser est la suivante :

$$erreur = \sum_{i=1}^{\text{nbre essais}} \frac{(t_{ri_{exp}} - t_{ri_{sim}})^2}{(t_{ri_{exp}})^2} \quad (3.47)$$

où $t_{ri_{exp}}$ représente le temps à rupture expérimental de l'essai i et $t_{ri_{sim}}$ le temps à rupture simulé, i.e. le temps lorsque la variable d'endommagement de fluage D_c atteint la valeur critique $D_{cc} = 0.98$. L'effet de la taille de grain sur le comportement a été pris en compte et nous avons supposé que l'endommagement ductile D_d était négligeable. Les équations 3.32 à 3.37 ont été intégrées en utilisant la fonction *ode45* de Matlab [Mat] qui met en oeuvre la méthode d'intégration numérique de Runge-Kutta au quatrième ordre.

La comparaison entre les résultats des essais de fluage à 1000°C et les simulations avec les paramètres S_c, s_c identifiés est donnée en Figures 3.41 à 3.46.

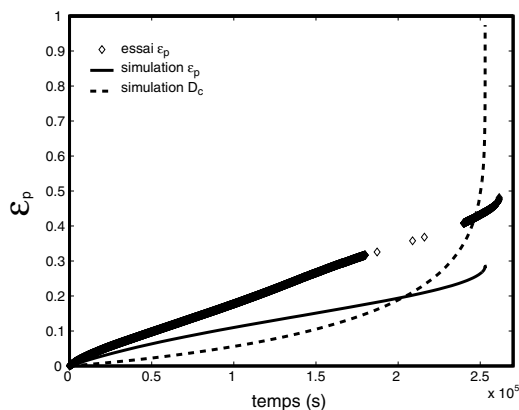


Figure 3.41 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 10MPa.

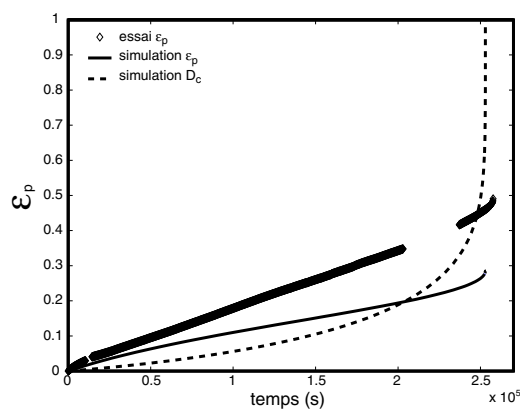


Figure 3.42 – Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 10MPa.

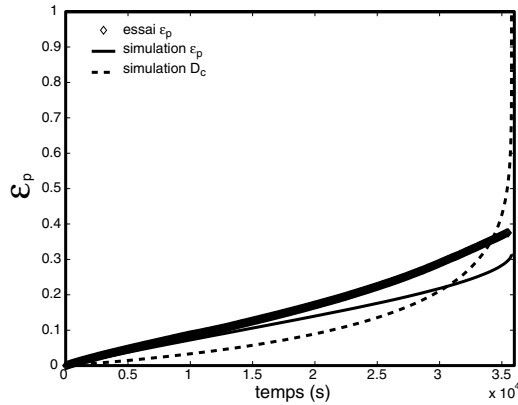


Figure 3.43 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 15MPa.*

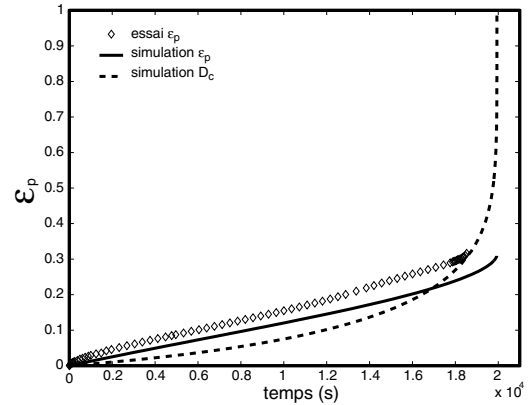


Figure 3.44 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 17MPa.*

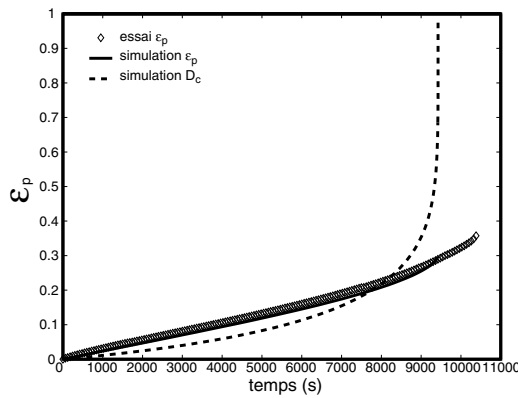


Figure 3.45 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 20MPa.*

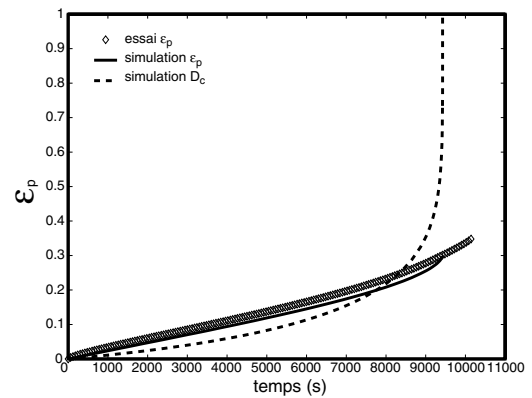


Figure 3.46 – *Comparaison de l'expérience et de la simulation avec endommagement de fluage intergranulaire pour l'essai de fluage à 1000°C et 20MPa.*

La même méthode a été utilisée pour la température de 900°C et l'évolution des paramètres S_c, s_c en fonction de la température est donnée en Figures 3.47 et 3.48. Il convient de noter que les conditions d'essai sont telles que ces valeurs correspondent à des tailles de grain égales aux tailles de grain limites à la température d'essai. La relation entre le paramètre S_c et la taille de grain limite est discutée dans le paragraphe suivant.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

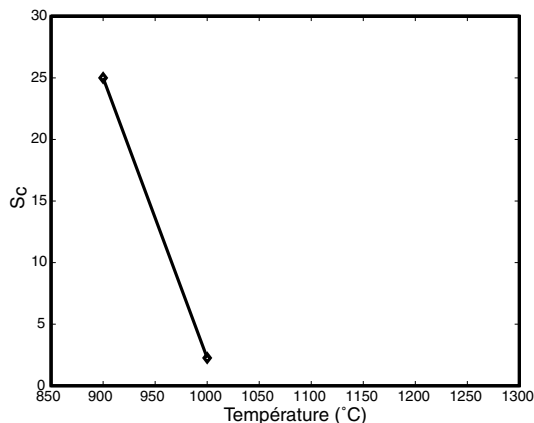


Figure 3.47 – Evolution du coefficient de l'endommagement de fluage S_c pour $d_g = d_g^{lim}(T)$.

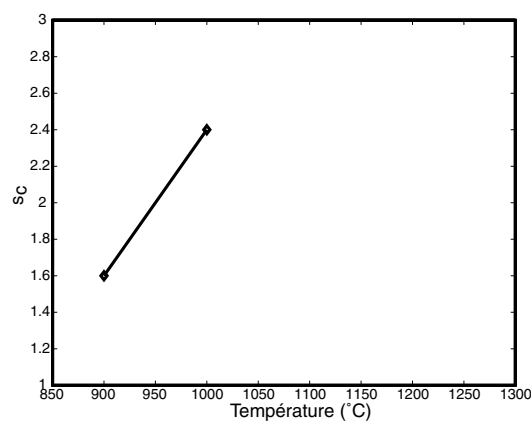


Figure 3.48 – Evolution de l'exposant de l'endommagement de fluage s_c pour $d_g = d_g^{lim}(T)$.

3.3.6 Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement

A la fin du Chapitre 2 de ce mémoire, nous avons proposé une carte différenciant les mécanismes d'endommagement en fonction de la température et de la taille de grain limite, utilisée comme indicateur de l'état microstructural du matériau qui contrôle à la fois la croissance de grain et l'endommagement au joint de grain (Figure 3.49).

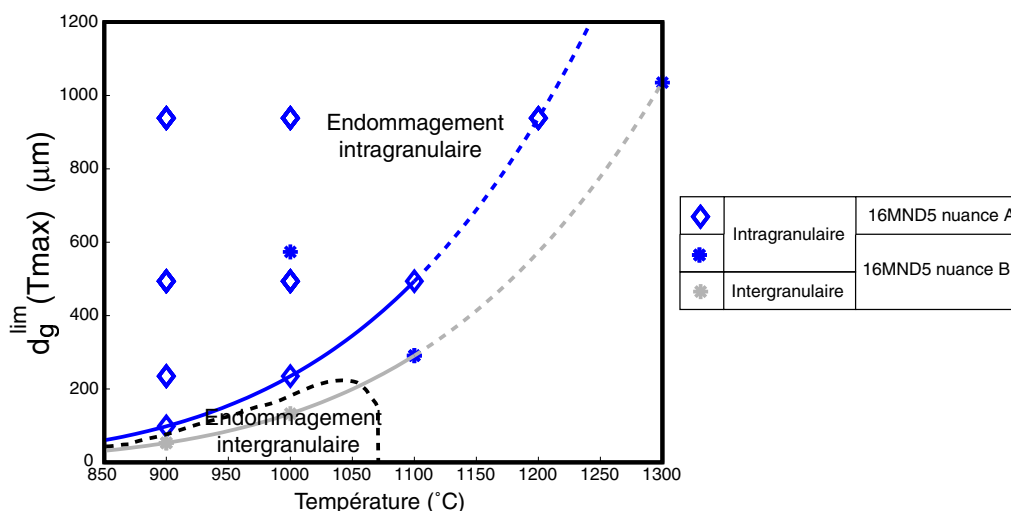


Figure 3.49 – Carte des mécanismes d'endommagement.

La frontière où l'endommagement prépondérant passe du mode intergranulaire de fluage au mode intragranulaire ductile n'est pas connue. Le modèle multimécanisme discuté dans ce chapitre permet de rendre compte de cette transition en postulant que l'endommagement ductile est toujours actif et non sensible à la taille de grain mais que l'endommagement de fluage intergranulaire et le paramètre S_c dépend de

la taille de grain limite d_g^{lim} . A 900 et 1000°C, l'endommagement intergranulaire est prépondérant pour les tailles de grain limites les plus petites, i.e. pour les nuances B ou C, et nous avons alors identifié les paramètres S_c, s_c en négligeant l'endommagement ductile. A contrario, pour les mêmes températures, nous avons identifié les paramètres liés à l'endommagement ductile à partir d'essais sur la nuance A pour lesquels il est prépondérant et en négligeant l'endommagement de fluage. A partir de ces essais, et faute d'information complémentaire, nous avons postulé arbitrairement qu'à ces deux températures la valeur du paramètre S_c pour la nuance A est 5 fois supérieure à la valeur du même paramètre pour les nuances B ou C. Nous avons par ailleurs choisi une évolution du paramètre S_c sous forme exponentielle représentée en Figure 3.50.

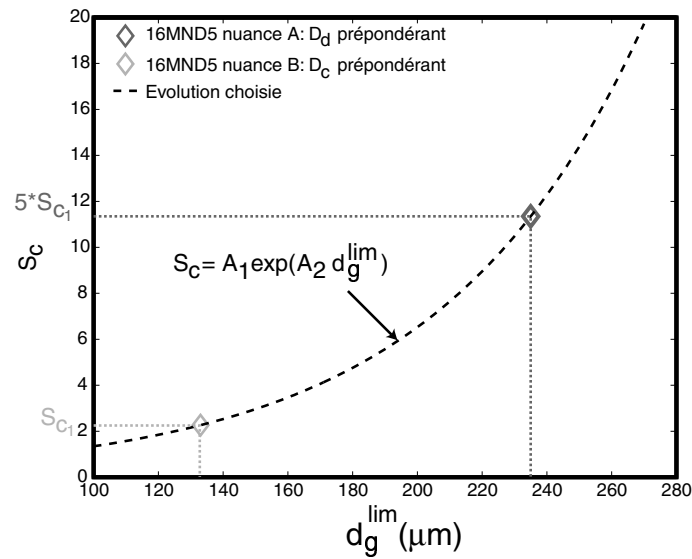


Figure 3.50 – Evolution de S_c en fonction de la taille limite des grains d_g^{lim} .

Tous les essais utilisés pour cette identification sont rassemblés dans le tableau 3.4. Les trois premiers essais correspondent à des essais de fluage classiques pour lesquels la comparaison entre les résultats d'essais et les simulations est donnée en Figure 3.51. Le dernier essai correspond à un essai de fluage à 1000°C, après une surchauffe à 1200°C qui permet d'atteindre en début d'essai de fluage une taille de grain supérieure à la taille de grain limite à la température d'essai ($d_g = d_g^{lim}(1200^\circ C) > d_g^{lim}(1000^\circ C)$). La comparaison entre ce résultat d'essai et la simulation est donnée en Figure 3.52.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

		Matériau nuance A			Matériau nuance B		
Temp. (°C)	σ (MPa)	Endomm. principal	d_g^{lim} (μm) calculé	d_g (μm) calculé	Endomm. principal	d_g^{lim} (μm) calculé	d_g (μm) calculé
900	13	Intragra.	98	98	Intergra.	53	53
900	35	Intragra.	98	98	Intergra.	53	53
1000	17	Intragra.	235	235	Intergra.	133	133
1000	26	Intragra.	235	938	Intragra.	133	573

Tableau 3.4 – Essais de fluage pris en compte pour identifier l'effet de la taille de grain limite sur l'endommagement

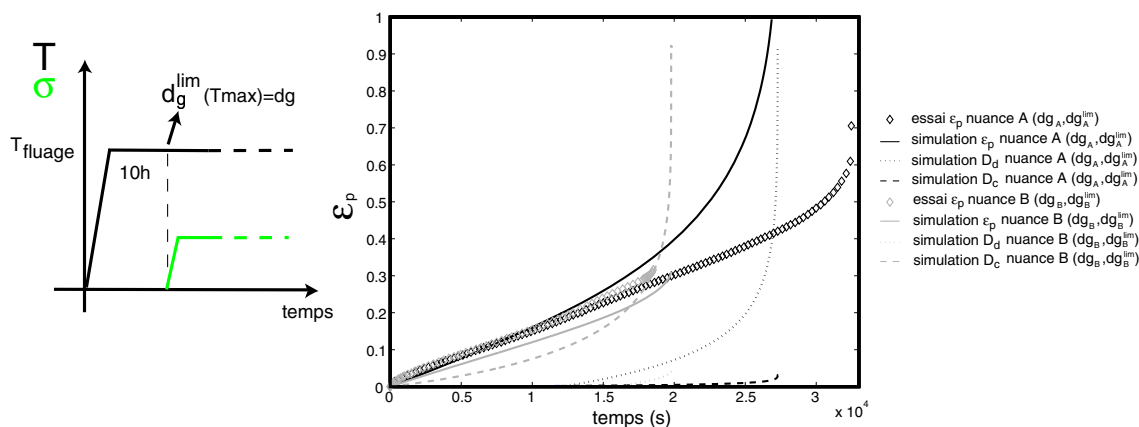


Figure 3.51 – Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement pour les essais de fluage à 1000°C et 17MPa.

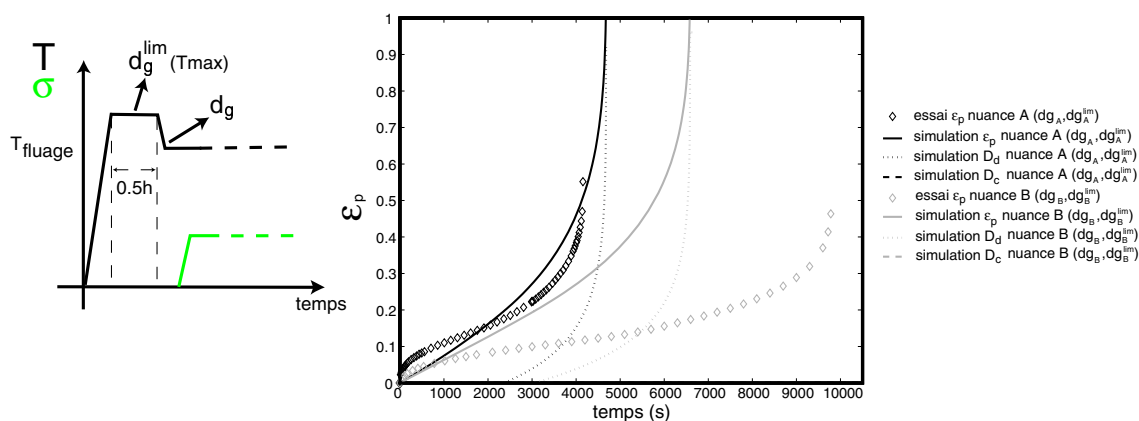


Figure 3.52 – Effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement pour les essais de fluage à 1000°C et 26MPa.

Cette identification du modèle multimécanisme permet de rendre compte qualitativement de l'effet de la taille de grain limite sur les mécanismes d'endommagement. Les valeurs des paramètres utilisées pour ces simulations, sont telles que lorsqu'un des deux endommagements atteint 1, l'autre reste négligeable, ce qui valide a pos-

teriori la stratégie d'identification choisie (et plus précisément le choix d'identifier séparément des deux modèles d'endommagement). Les écarts entre résultats d'essais et simulation visibles en Figure 3.52 sont essentiellement liés à la qualité de l'identification de l'effet de la taille courante des grains sur les vitesses de déformation. C'est le résultat de cette identification qui sera utilisé dans le Chapitre 5 de ce mémoire.

3.4 Implantation numérique dans Cast3M

3.4.1 Introduction

Le logiciel Cast3M est un logiciel de calcul par éléments finis en thermique et mécanique. Il est développé au Service d'Etudes Mécanique et Thermique (SEMT) du CEA Saclay. Ce logiciel permet de générer des maillages, de résoudre des problèmes et de visualiser les champs résultats. Le langage d'utilisation de Cast3M est un langage à objets nommé Gibiane. De nombreux objets plus ou moins compliqués (en terme de richesse d'informations) existent dans Cast3M parmi lesquels on peut citer: un réel, un mot, une liste d'entiers, un maillage, un champ par élément (par exemple un champ de contraintes exprimé au point de Gauss des éléments d'un maillage)... L'utilisateur manipule ces objets grâce à différents opérateurs existants. Ainsi, un programme Gibiane consiste en partie en une succession de lignes de commandes telle que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{nom de l'objet} \\ \text{résultat} \end{array} \right\} = \left\{ \begin{array}{l} \text{nom de} \\ \text{l'opérateur} \end{array} \right\} \left\{ \begin{array}{l} \text{nom de l'objet} \\ \text{connu par l'opérateur} \end{array} \right\}; \quad (3.48)$$

où ; définit la fin de la commande. En plus de ces lignes de commandes, l'utilisateur doit définir en début de programme ses options de calcul : dimension de l'espace, type d'éléments finis utilisés, etc ...

De plus, l'utilisateur peut se servir de procédures existantes qui sont des opérateurs complexes écrits également en Gibiane. Ainsi, pour résoudre un problème non linéaire de structure en viscoplasticité, l'utilisateur utilise les procédures *pasapas* et *increme* qui permettent de résoudre itérativement le problème d'équilibre global (avec un algorithme présenté dans le prochain paragraphe).

Les fichiers sources ou les opérateurs de base de Cast3M sont écrits en Esope, qui est un langage de programmation dérivé du Fortran auquel des intructions ont été rajoutées. Ils sont donc à compiler afin de générer des fichiers exécutables exploitables. Ce sont dans ces fichiers sources que l'utilisateur intervient pour implanter une nouvelle loi de comportement.

3.4.2 Algorithme d'équilibre global

Dans Cast3M, l'algorithme d'équilibre global d'une structure utilise la méthode des contraintes initiales [Gay94]. L'état d'équilibre initial d'une structure discrétisée et les conditions aux limites correspondantes peuvent s'écrire formellement sous la forme suivante :

$$B_0\sigma_0(\epsilon_0^{el}) = F_0 - \lambda_0 M \text{ et } \left\{ \begin{array}{l} Mu_0 \geq d_0 \\ \lambda_0 \geq 0 \\ \lambda_0(Mu_0 - d_0) = 0 \end{array} \right. \quad (3.49)$$

où u et d représentent des déplacements, F des forces, σ des contraintes et λ des multiplicateurs de Lagrange. La résolution du problème d'équilibre global correspond

à la recherche itérative de la solution (u_1, λ_1) correspondant à l'équilibre (F_1, d_1) . Les notations suivantes sont adoptées :

$$u_1 = u_0 + \Delta u_1 \quad (3.50)$$

$$u_1^{j+1} = u_0 + \Delta u_1^{j+1} \quad (3.51)$$

$$u_1^{j+1} = u_1^j + \Delta \Delta u_1^{j+1} \quad (3.52)$$

La partition des déformations en parties élastique, inélastique et thermique permet d'écrire :

$$K_1 u_1 = B_1(\sigma_1(\epsilon_1^{el}) + \sigma_1(\epsilon_1^{pl}) + \sigma_1(\epsilon_1^{th})) \quad (3.53)$$

De plus, on pose :

$$K_1 = K_0 + \Delta K_1 \quad (3.54)$$

La solution (u_1, λ_1) doit donc vérifier l'équation suivante :

$$K_0 \Delta u_1 = F_1 - \lambda_1 M + B_1(\sigma_1(\epsilon_1^{pl}) + \sigma_1(\epsilon_1^{th})) - K_1 u_0 - \Delta K_1 \Delta u_1 \quad (3.55)$$

A partir de cette égalité, le schéma itératif de résolution est le suivant :

$$K_0 \Delta u_1^{j+1} = F_1 - \lambda_1^{j+1} M + B_1^j(\sigma_1(\epsilon_1^{plj}) + \sigma_1(\epsilon_1^{thj})) - K_1^j u_0 - \Delta K_1^j \Delta u_1^j \quad (3.56)$$

En soustrayant cette équation sur deux itérations successives et avec quelques considérations supplémentaires, on peut obtenir la relation suivante :

$$K_0 \Delta \Delta u_1^{j+1} = F_1 - \lambda_1^{j+1} M - B_1^j(\sigma_1(\epsilon_1^{elj})) \quad (3.57)$$

Enfin, les conditions aux limites s'écrivent :

$$M \Delta \Delta u_1^{j+1} \geq d_1 - M \cdot u_1^j \quad (3.58)$$

Cet algorithme itératif de résolution de l'équilibre global de la structure lors d'un calcul en plasticité ou en viscoplasticité est schématiquement illustré dans le cas unidimensionnel sur la figure 3.53.

Cet algorithme de résolution de problèmes non linéaires est moins performant en terme de nombre d'itérations nécessaires pour obtenir la convergence que d'autres algorithmes qui utilisent un opérateur tangent (ou une approximation de cet opérateur tangent). Cependant, cet algorithme a l'avantage d'être très robuste et de ne nécessiter qu'une seule inversion de la matrice de rigidité K_0 par incrément de chargement (ou pas). Dans Cast3M l'efficacité de cet algorithme est améliorée par un accélérateur de convergence qui, au cours d'un pas, utilise les résultats des itérations précédentes pour converger plus vite vers la solution.

3.4.3 Couplages entre thermo-métallurgie et thermo-mécanique

La loi de comportement mécanique développée et identifiée dans le cadre de cette étude introduit un couplage entre les mécanismes d'endommagement et l'évolution de la microstructure (plus précisément la taille de grain austénitique) elle-même fonction de la sollicitation thermique. Résoudre un problème de structure mettant

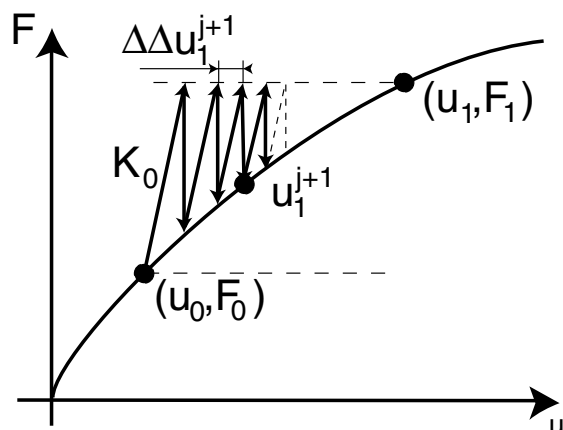


Figure 3.53 – Schéma illustrant l'algorithme itératif de résolution globale sur une structure.

en oeuvre ce modèle de comportement nécessite donc a priori une analyse thermo-métallo-mécanique non-linéaire. Si les temps caractéristiques des phénomènes métallurgique et mécanique sont suffisamment différents ou si l'évolution métallurgique du matériau est indépendante de son état mécanique, il est classique de découpler partiellement ce type d'analyse en deux analyses thermo-métallurgique et thermo-mécanique indépendantes, les variables de microstructure introduites dans l'analyse thermo-mécanique n'étant réactualisées qu'à certains pas de temps choisis en fonction des résultats de l'analyse thermo-métallurgique. Il est également fréquent de traiter l'analyse thermo-mécanique en introduisant un couplage faible entre deux analyses thermique et mécanique. A nouveau cette approche est légitime si les temps caractéristiques des phénomènes thermique et mécanique sont suffisamment différents.

Ce problème de couplage global thermo-métallo-mécanique et en particulier le problème de couplage global thermo-mécanique n'ont pas été abordés dans le cadre de ce travail. Quant au couplage global métallo-mécanique, nous rappelons que cette étude est essentiellement limitée au comportement du matériau 16MND5 en phase austénitique et que la seule variable de microstructure introduite dans le modèle de comportement développé est liée à la taille du grain austénitique. L'évolution de cette variable ayant été supposée d'origine purement thermique, nous avons choisi d'utiliser l'approche partiellement découplée et donc de ne pas introduire la loi d'évolution de la taille de grain dans Cast3M. Selon le cas à simuler, il convient donc d'évaluer, à l'extérieur du logiciel, en certains pas de temps caractéristiques, les valeurs des paramètres S_c de la loi d'endommagement intergranulaire et f_g de l'écroutissage. Ces pas de temps caractéristiques doivent être choisis en fonction du chargement thermique local vu par le matériau. Ils sont donc à déterminer en fonction du chargement thermique global et du gradient thermique dans la structure.

3.4.4 Implantation de la loi de comportement mécanique

L'introduction d'une nouvelle loi de comportement dans le logiciel Cast3M [Cas] ne nécessite pas une connaissance approfondie du code de calcul. J. Kichenin *et al.* [KC] précisent la méthode à suivre et les différents sous-programmes à modifier ou à créer afin d'implanter un nouveau modèle de comportement mécanique. Une dizaine de fichiers permettent:

- de définir le modèle en lui donnant un numéro ;
- de définir le nombre et les noms des variables internes ;
- de définir le nombre et les noms des paramètres matériau (hors module d'Young, coefficient de Poisson, masse volumique et coefficient de dilatation) ;
- de définir l'évolution des variables internes et des déformations inélastiques.

Nous avons donc eu besoin de modifier plusieurs fichiers et d'écrire un seul nouveau fichier qui contient les lois d'évolution des déformations inélastiques et des variables que nous voulons connaître en cours des calculs.

Lors de cette implantation du modèle complet décrit dans les paragraphes ci-dessus nous avons également choisi de laisser l'utilisateur final libre d'activer ou non le couplage entre l'élasticité et les deux variables d'endommagement. La mise en place de cette option est motivée par plusieurs raisons :

- les déformations élastiques sont négligeables par rapport aux déformations viscoplastiques (de l'ordre de plusieurs 10^{-1} dans les applications visées) ;
- dans des cas proches d'un chargement unidimensionnel, l'erreur faite sur la valeur du temps à rupture en négligeant ce couplage entre élasticité et endommagement(s) est souvent faible ;
- la non-prise en compte de ce couplage augmente la robustesse de l'analyse en supprimant un facteur d'instabilité aggravant du calcul [Bil89] ;
- la non-prise en compte de ce couplage diminue le coût en temps calcul (non-réactualisation de la matrice de rigidité de la structure et accélération de la convergence du processus itératif d'équilibre global).

Une étude ultérieure exploitant cette option devrait permettre par comparaison d'analyses avec et sans couplage entre élasticité et endommagement(s) de préciser les avantages et inconvénients énumérés ci-dessus.

Lors de l'implantation dans Cast3M, l'option ci-dessus a été mise en place en introduisant une déformations d'endommagement. Dans le cas unidimensionnel avec un seul endommagement D ce concept est introduit par les équations suivantes

$$\epsilon = \epsilon^{elas} + \epsilon^{vp} = \underbrace{\frac{\sigma}{E(1-D)}}_{\text{couplage de l'endommagement à l'élasticité}} + \epsilon^{vp} \quad (3.59)$$

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

$$\epsilon = \epsilon^{elas} + \epsilon^{vp} = \underbrace{\frac{\sigma}{E} + \epsilon^{vp} + \epsilon^d}_{\text{non couplage}} \quad (3.60)$$

non couplage
de l'endommagement
à l'élasticité et
déformations correctrices

avec:

$$\epsilon^d = \frac{\sigma D}{E(1 - D)} \quad (3.61)$$

Pour la loi de comportement multimécanisme tridimensionnelle, les déformations d'endommagement, qui ne sont qu'une variable de calcul intermédiaire -et non une variable d'état supplémentaire-, s'écrivent :

$$\epsilon^d = \tilde{\mathbf{E}}^{-1}(D_c, D_d) : \sigma - \tilde{\mathbf{E}}^{-1}(D_c = 0, D_d = 0) : \sigma \quad (3.62)$$

Les équations à intégrer à chaque pas de temps, avec et sans couplage entre élasticité et endommagement(s), sont données dans les deux tableaux suivants. Dans les deux cas, l'intégration numérique des équations est réalisée en chaque point de Gauss par une méthode de Runge-Kutta au 2^{ème} ordre.

Données d'entrée du fichier (au temps t_i)	$\sigma(t_i), R(t_i), \epsilon^{ine}(t_i), D_d(t_i), D_c(t_i)$
Equations	$\dot{r} = \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R - \sigma_Y}{K} \right\rangle^n$ $\dot{\epsilon}^{ine} = \dot{\epsilon}^{vp} = \dot{r} \frac{\tilde{\mathbf{M}} : \sigma}{\tilde{\sigma}_{eq}(1 - D_d)(1 - D_c)}$ $\dot{R} = b(R_\infty - R)\dot{r}$ $\dot{D}_d = \left(\frac{Y_d}{S_d} \right)^{s_d} \dot{r} H(p - p_d)$ $\dot{D}_c = \left(\frac{Y_c}{S_c} \right)^{s_c}$
Données de sortie du fichier (au temps t_i)	$\dot{R}(t_i), \dot{\epsilon}^{vp}(t_i), \dot{D}_d(t_i), \dot{D}_c(t_i)$

Tableau 3.5 – Ensemble des équations dans le cas où les deux variables d'endommagement ne sont pas couplées aux déformations élastiques

Données d'entrée du fichier (au temps t_i)	$\sigma(t_i), \dot{\sigma}(t_i), R(t_i), \dot{\epsilon}^{ine}(t_i), D_d(t_i), D_c(t_i)$
Equations	$\dot{r} = \left\langle \frac{\tilde{\sigma}_{eq} - R - \sigma_Y}{K} \right\rangle^n$ $\dot{\epsilon}^{ine} = \dot{\epsilon}^{vp} + \dot{\epsilon}^d$ $\dot{\epsilon}^{vp} = \dot{r} \frac{\tilde{\mathbf{M}} : \sigma}{\tilde{\sigma}_{eq}(1-D_d)(1-D_c)}$ $\dot{\epsilon}^d = \frac{\partial \tilde{\mathbf{E}}^{-1}}{\partial D_c} \dot{D}_c : \sigma + \frac{\partial \tilde{\mathbf{E}}^{-1}}{\partial D_d} \dot{D}_d : \sigma + \tilde{\mathbf{E}}^{-1}(D_c, D_d) : \dot{\sigma} - \tilde{\mathbf{E}}^{-1}(0, 0) : \dot{\sigma}$ $\dot{R} = b(R_\infty - R)\dot{r}$ $\dot{D}_d = \left(\frac{Y_d}{S_d} \right)^{s_d} \dot{r} H(p - p_d)$ $\dot{D}_c = \left(\frac{Y_c}{S_c} \right)^{s_c}$
Données de sortie du fichier (au temps t_i)	$\dot{R}(t_i), \dot{\epsilon}^{ine}(t_i), \dot{D}_d(t_i), \dot{D}_c(t_i)$

Tableau 3.6 – Ensemble des équations dans le cas où les deux variables d'endommagement sont couplées aux déformations élastiques

3.4.5 Choix des éléments finis

Pour toutes les simulations réalisées, nous avons utilisé des éléments finis isoparamétriques sous-intégrés afin d'éviter les problèmes classiques liés à "l'incompressibilité" dues au fait que les déformations viscoplastiques -très importantes- sont isochores. Ce point est illustré en Figure 3.54 par les résultats de l'analyse d'une éprouvette axisymétrique entaillée (cf. le paragraphe suivant) avec des éléments isoparamétriques à 8 noeuds, à 9 points de Gauss dans le premier cas et à 4 points de Gauss (donc sous-intégrés) dans le second.

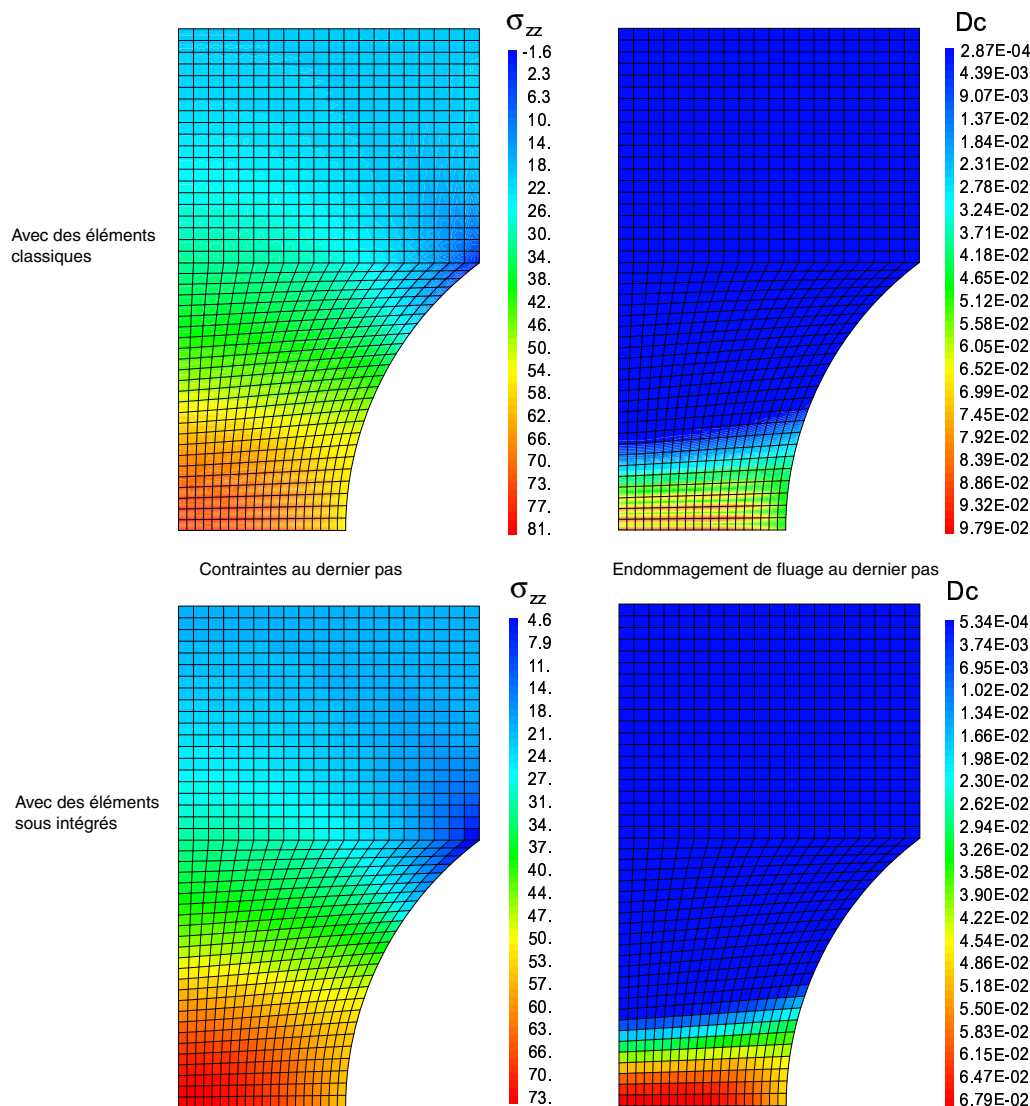


Figure 3.54 – Illustration de la nécessité d'utiliser des éléments sous intégrés.

3.5 Simulations numériques

3.5.1 Essais de fluage sur éprouvettes axi-symétriques entaillées

La loi d'endommagement ductile proposée pour modéliser l'endommagement intragranulaire est classique. La forme de la loi d'endommagement dit de fluage proposée pour modéliser l'endommagement intergranulaire est moins classique. L'objectif des simulations numériques présentées dans ce paragraphe est donc de définir un essai discriminant permettant de valider expérimentalement la forme de ces lois d'endommagement et surtout de la seconde. Plus précisément, l'objectif de ces simulations est de vérifier qu'un essai sur éprouvettes axi-symétriques entaillées peut être discriminant. La géométrie de ces éprouvettes permet d'obtenir un état de contraintes tridimensionnelles tout en appliquant un chargement unidimensionnel (de traction).

De plus, il est possible de faire varier le taux de triaxialité des contraintes (rapport entre la contrainte hydrostatique et la contrainte équivalente de Von-Mises, auquel l'évolution de l'endommagement ductile est très sensible) en faisant varier le rayon d'entaille. Nous avons donc mené des simulations numériques d'essais de fluage sur des éprouvettes axi-symétriques entaillées de géométrie différente, en supposant pour chaque simulation qu'un seul des deux mécanismes d'endommagement est actif [VB04b]. Toutes les simulations ont été réalisées sans couplage de l'endommagement avec les déformations élastiques. Ces éprouvettes sont repérées par l'indice AE_χ [Bes01] avec $\chi = 10 \frac{R_e}{D_0}$, où R_e représente le rayon d'entaille et D_0 le diamètre à fond d'entaille. La géométrie de ces éprouvettes est donnée sur la Figure 3.55 empruntée à J. Besson [Bes01].

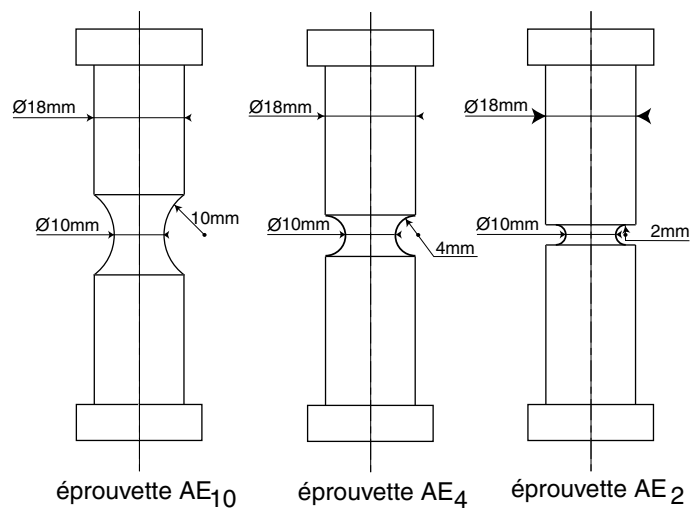


Figure 3.55 – Géométrie des éprouvettes.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

Pour tous ces calculs, nous avons utilisé les paramètres de la loi de comportement à 1000°C et les mêmes conditions limites résumés en Figure 3.56 sur le maillage de l'éprouvette AE_{10} .

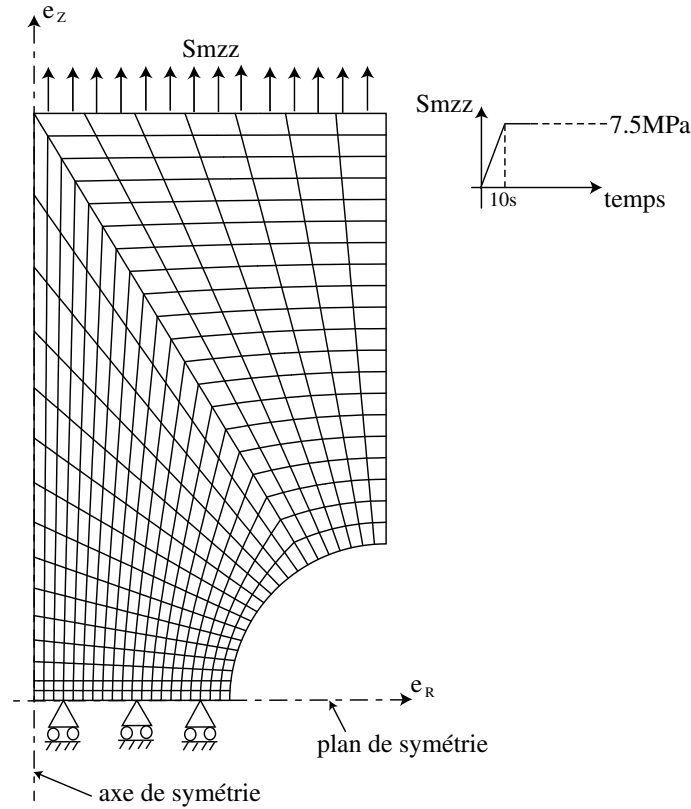


Figure 3.56 – Conditions aux limites pour les différentes éprouvettes AE (le maillage correspondant à l'éprouvette AE_{10}).

Les résultats des simulations sur l'éprouvette AE_{10} sont illustrés par la figure 3.57.

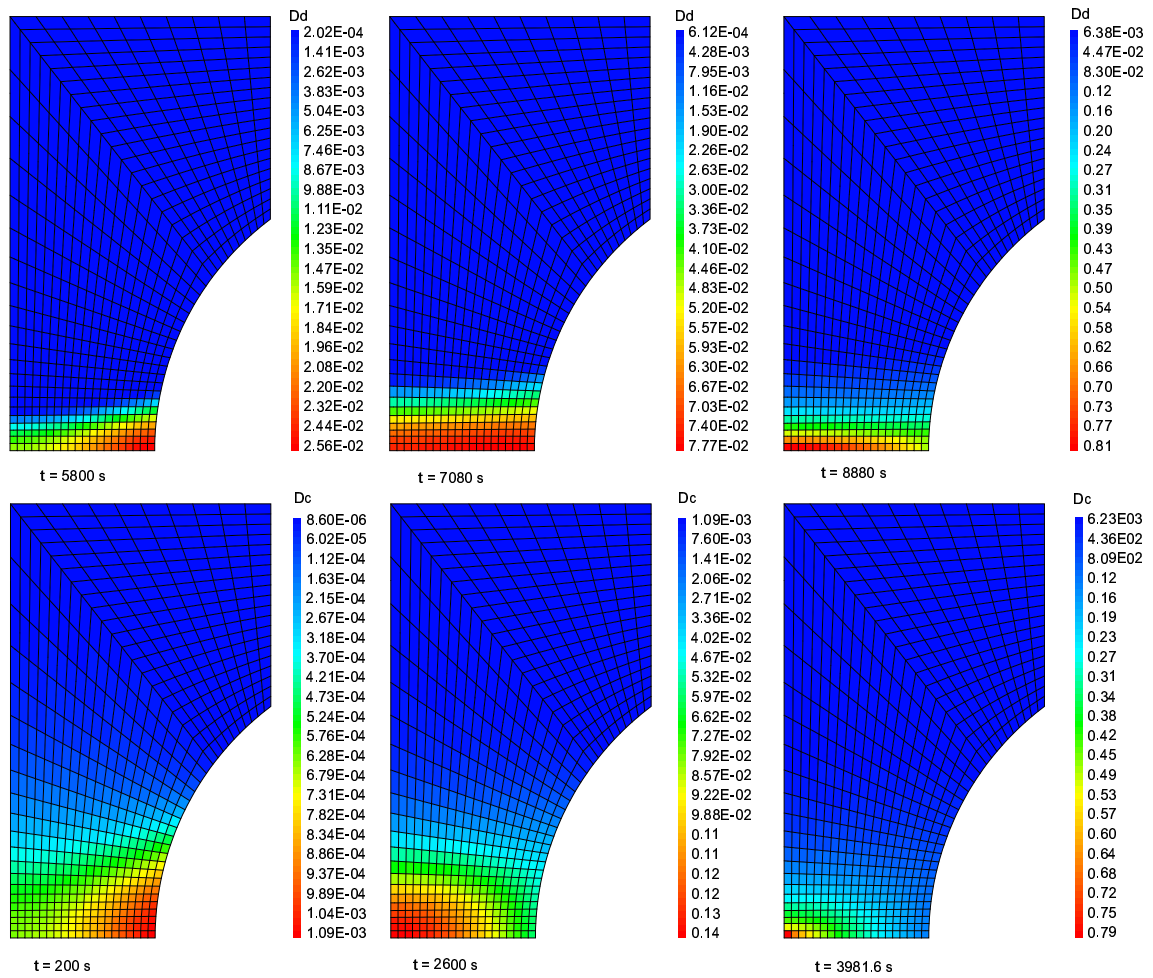


Figure 3.57 – Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_{10} .

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

Les résultats des simulations sur l'éprouvette AE_4 sont illustrés par la figure 3.58.

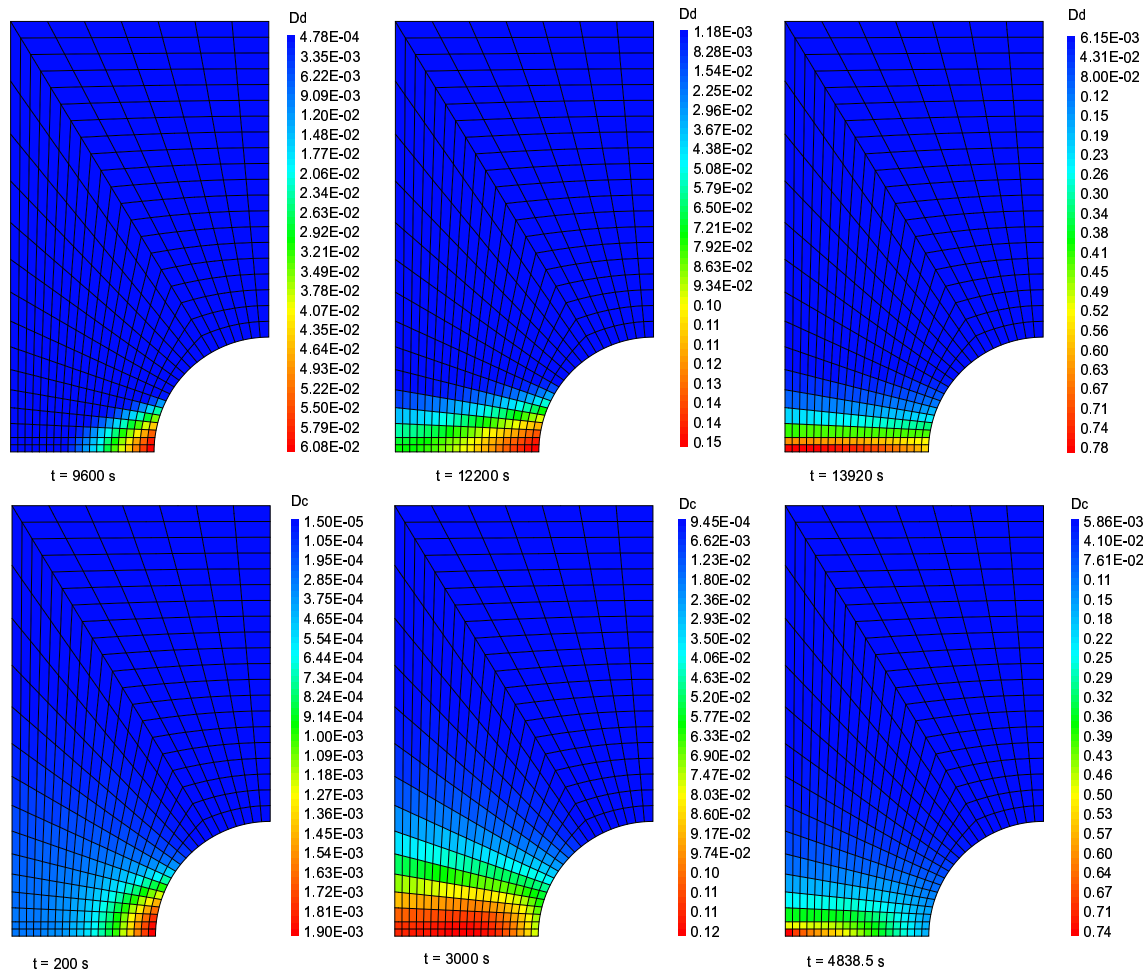


Figure 3.58 – Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_4 .

Les résultats des simulations sur l'éprouvette AE_2 sont illustrés par la figure 3.59.

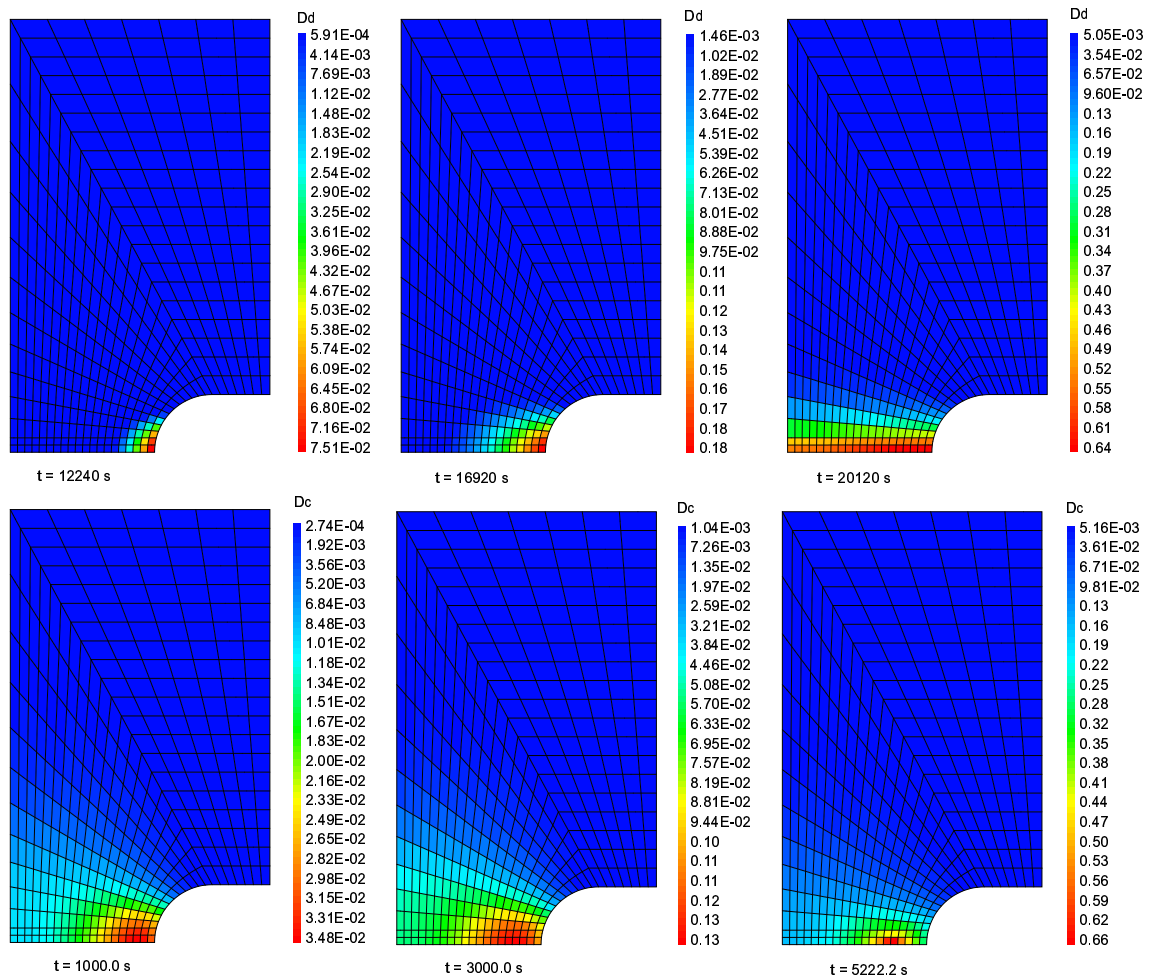


Figure 3.59 – Evolutions des endommagements ductile D_d et de fluage D_c dans l'éprouvette AE_2 .

Nous constatons (ce qui est un résultat classique) que pour les trois géométries d'éprouvette (et pour les deux variables D_d et D_c) l'endommagement a tendance à s'initier près de l'entaille pour tendre ensuite vers le centre de l'éprouvette, cette tendance étant d'autant plus freinée que le rayon d'entaille est petit. Cependant, les évolutions des deux variables d'endommagement D_d et D_c sont différentes quelle que soit la géométrie de l'éprouvette. L'endommagement de fluage D_c atteint des valeurs critiques de manière précoce par rapport à l'endommagement ductile D_d (le chargement de fluage macroscopique étant le même). De plus, pour les valeurs importantes d'endommagement, l'endommagement de fluage apparaît plus localisé que l'endommagement ductile. Cet essai apparaît donc discriminant et sera retenu pour la campagne de validation expérimentale discutée en Chapitre 4 de ce mémoire.

3.5.2 Discrétisation en temps et localisation

Nous avons également utilisé les résultats des simulations des essais de fluage sur les éprouvettes AE_χ présentées ci-dessus pour tester l'implantation numérique de la loi de comportement et l'algorithme de résolution de l'équilibre global.

Nous avons tout d'abord étudié la précision et la stabilité des algorithmes utilisés. L'évolution de la variable d'endommagement D_d ou D_c (activée séparément) au point de Gauss d'une éprouvette AE_{10} où sa valeur est particulièrement importante est visualisée sur les Figures 3.60 à 3.63. Ces résultats correspondent à différentes simulations (quatre avec D_d seul et deux avec D_c) avec des discrétisations en temps plus ou moins grossières (caractérisées par des pas de temps constants Δt plus ou moins grands).

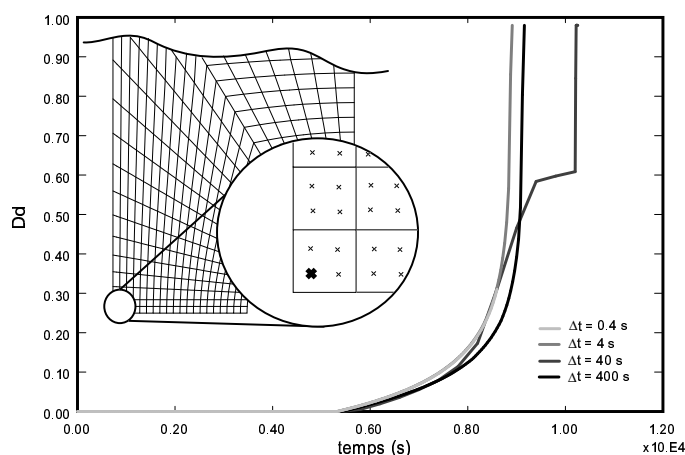


Figure 3.60 – Evolution temporelle de l'endommagement ductile pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).

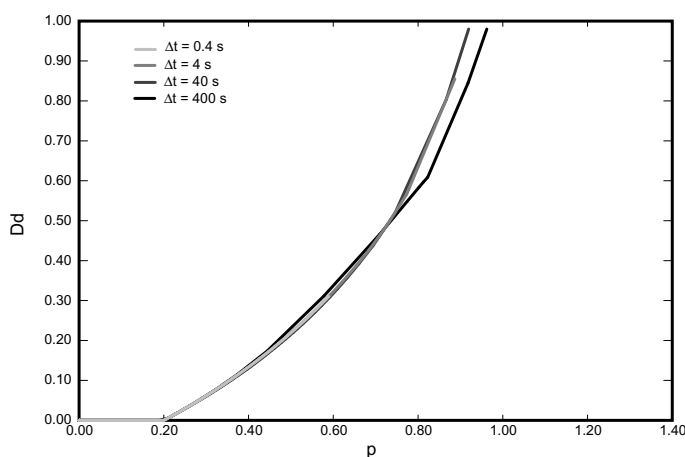


Figure 3.61 – Evolution de l'endommagement ductile en fonction de la déformation plastique cumulée p pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).

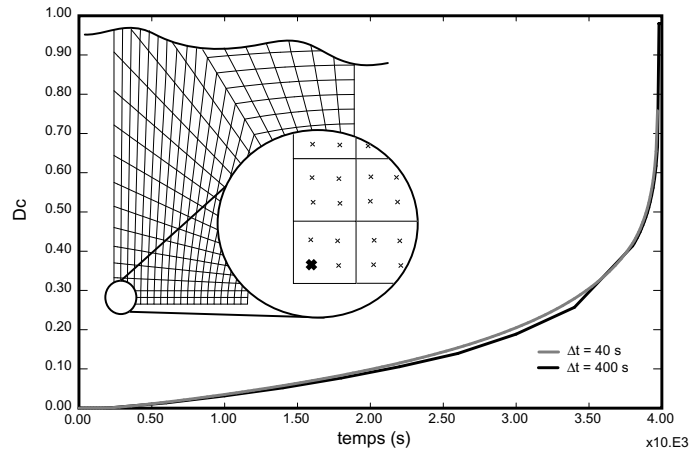


Figure 3.62 – Evolution de l'endommagement de fluage temporelle pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).

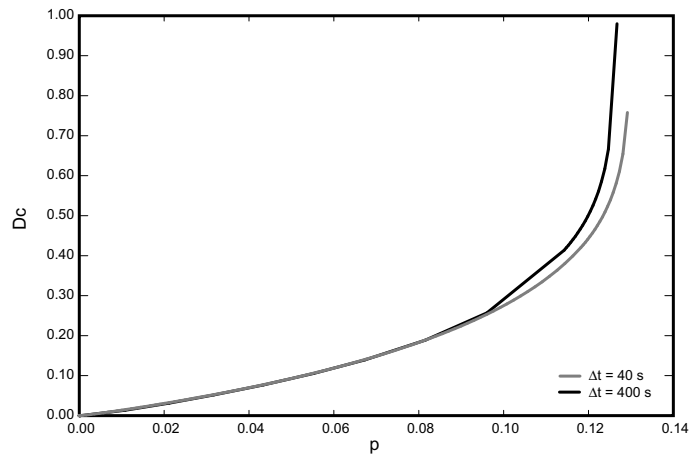


Figure 3.63 – Evolution de l'endommagement de fluage en fonction de la déformation plastique cumulée p pour différents pas de temps (éprouvette AE_{10}).

Les simulations réalisées permettent de mettre en évidence que

- il est possible de trouver un raffinement de la discrétisation en temps suffisant pour que l'évolution des variables d'endommagement soit indépendante de cette discrétisation ;
- cette valeur du pas de temps critique au delà de laquelle la solution n'est plus stable dépend du modèle d'endommagement ;
- quel que soit la valeur du pas de temps, l'évolution des endommagements D_d et D_c en fonction de la déformation plastique cumulée p reste identique.

Le dernier point prouve la précision de l'intégration numérique des différentes variables au niveau local (en chaque point de Gauss).

Les deux premiers points mettent en évidence un risque d'instabilité lié au caractère adoucissant de la loi de comportement utilisée. En effet, il est reconnu que le caractère visqueux de la loi de comportement utilisée dans le cadre de cette étude

”régularise” le problème et évite les phénomènes de bifurcation de la solution qui sont inévitables -sans introduction explicite d’une méthode de ”régularisation”- avec des lois de comportement non visqueuses (élasto-plasticité indépendante de la vitesse de déformation) (cf. par exemple [Bil89], [Nee88]). Cependant, il est également reconnu que, dans le cas visqueux, la stabilité de la solution numérique dépend à la fois du modèle de comportement, de l’algorithme choisi et du raffinement du maillage [Ben04]. Autrement dit, la viscosité du comportement permet de garantir le caractère bien posé du problème discrétisé en temps jusqu’à des valeurs extrêmes de l’endommagement mais, pour un algorithme itératif donné, la recherche de cette solution doit satisfaire une condition de stabilité qui se traduit par un pas de temps de taille maximale. Afin de faciliter et fiabiliser la conduite de tels calculs, il reste donc à implanter dans Cast3M une procédure de calcul de pas de temps automatique garantissant que le pas de temps utilisé respecte à tout instant cette condition de stabilité [Ben04].

Garantir la stabilité de l’algorithme et la précision de l’intégration temporelle n’élimine pas pour autant la localisation inévitable de l’endommagement et des déformations. Ces phénomènes de localisation sont illustrés, pour des pas de temps où l’algorithme est stable, par les évolutions

- temporelle des endommagements D_d et D_c sur quatre points de Gauss juxtaposés au centre d’une éprouvette AE_4 , en Figures 3.64 et 3.65 ;
- spatiale des endommagements D_d et D_c sur l’axe de l’éprouvette AE_{10} , en Figures 3.66 et 3.67 ;
- spatiale des endommagements D_d et D_c sur la section minimale de l’éprouvette AE_2 , en Figures 3.68 et 3.69.

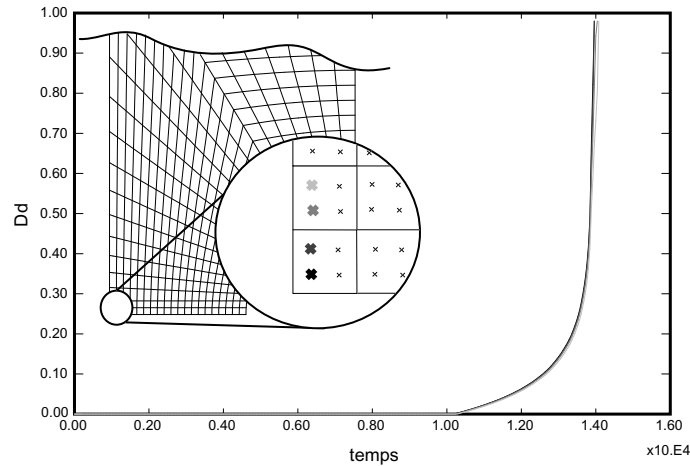


Figure 3.64 – Evolution temporelle de l'endommagement ductile aux points de Gauss considérés (éprouvette AE_4).

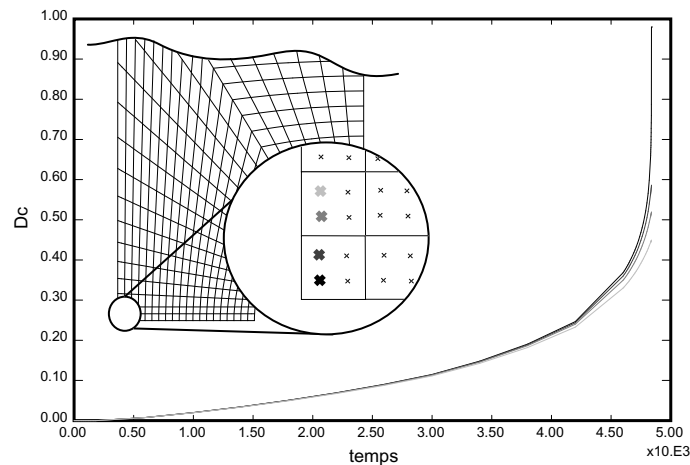


Figure 3.65 – Evolution temporelle de l'endommagement de fluage aux points de Gauss considérés (éprouvette AE_4).

Nous pouvons constater que dans certains cas, lorsque l'endommagement devient proche de 1.0, l'endommagement (et donc les déformations) tend à se localiser dans des zones dont la taille devient comparable voire inférieure à celle des éléments finis utilisés. Le gradient spatial de la solution devenant trop important pour être modélisé par les fonctions de forme des éléments finis choisis, la solution devient dépendante du raffinement du maillage. Ce phénomène peut être étudié par une analyse de perturbation [Ben04]. Différentes solutions, et en particulier l'introduction de lois de comportement à longueur interne (e.g. avec une loi d'endommagement dite non-locale), ont été proposées pour résoudre ce problème de localisation inhérent au caractère adoucissant de la loi de comportement utilisée (et indépendant de la stabilité de l'algorithme). Il convient cependant de rappeler que les applications visées par cette étude sont l'analyse d'une structure de taille très importante (une cuve de REP complète). Par ailleurs, les calculs discutés ci-dessus montrent l'efficacité de la

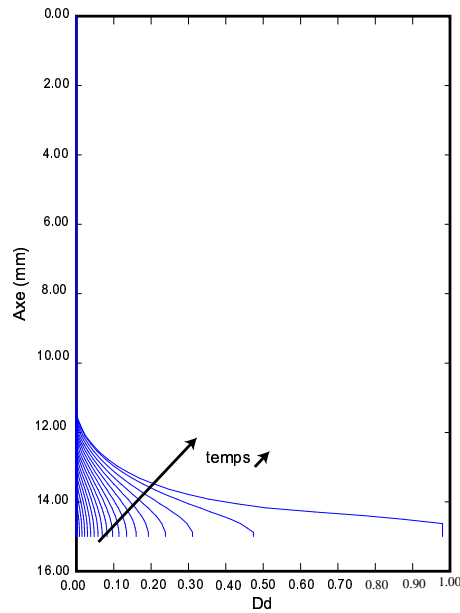


Figure 3.66 – Evolution de l’endommagement ductile sur l’axe (épreuve AE₁₀).

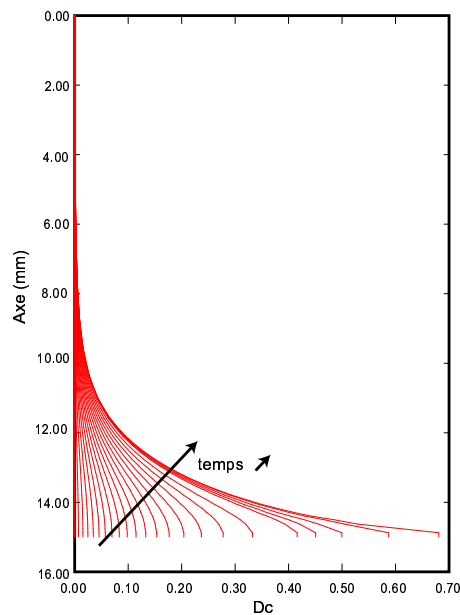


Figure 3.67 – Evolution de l’endommagement de fluage sur l’axe de l’éprouvette (épreuve AE₁₀).

régularisation du problème par la viscosité du comportement qui permet d’envisager des calculs stables jusqu’à des valeurs très élevées de l’endommagement avant que n’apparaisse ce problème de localisation extrême. Une solution pragmatique à ce problème de localisation pour de telles structures consiste

- à fixer la limite inférieure de la taille des éléments finis à une dimension caractéristique des mécanismes d’endommagement du matériau (choisie ici égale à

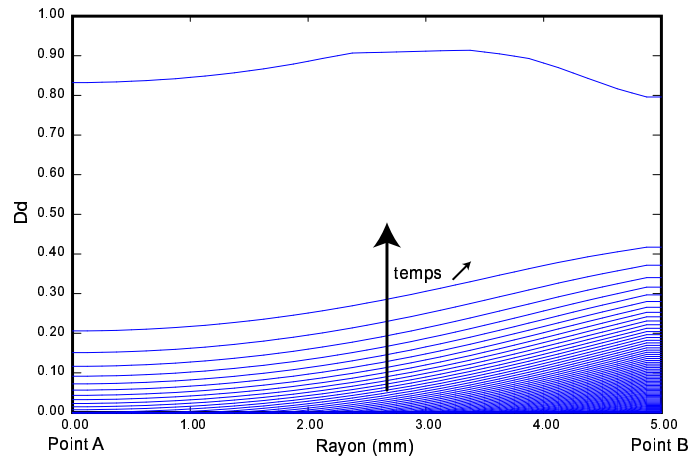


Figure 3.68 – Evolution de l’endommagement ductile en fonction du rayon dans la section minimale (éprouvette AE_2).

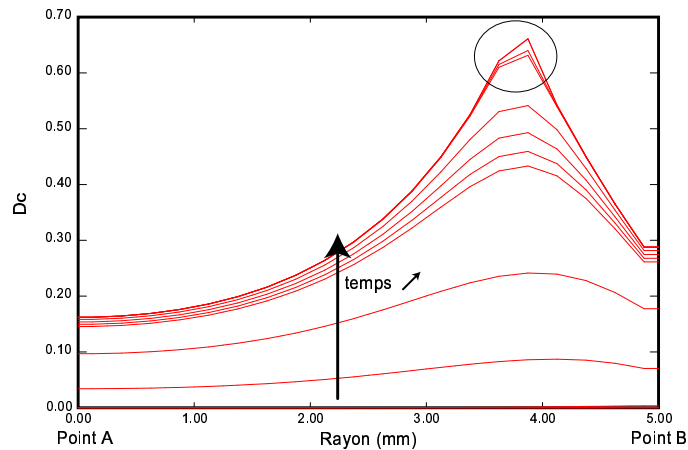


Figure 3.69 – Evolution de l’endommagement de fluage en fonction du rayon dans la section minimale (éprouvette AE_2).

$250\mu m$);

- à conduire les calculs en limitant un pas de temps garantissant la stabilité de l’algorithme [Ben04];
- à utiliser une procédure dite d’érosion des éléments finis quand l’endommagement tend à se localiser dans un seul élément.

3.5.3 Analyse d’une maquette de cuve de REP

L’étude présentée dans ce paragraphe a fait l’objet de l’encadrement d’un stage de maîtrise effectué par F. Chabrier. L’objectif de ce travail était de tester la robustesse de la loi de comportement et de son implantation lors d’un calcul de structure complète [VB04b]. Pour cela, nous avons choisi de simuler un essai réalisé au Sandia National Laboratory [SWdS] sur une cuve de réacteur à l’échelle 1/4.85 soumise à une pression interne d’une dizaine de MPa avec un gradient thermique unique-

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

ment dans le sens de la hauteur. Cet essai fait partie d'une campagne expérimentale [OEC98] [San99] menée sur des répliques de cuve constituée de l'acier américain SA533B1 proche de l'acier 16MND5.

Le maillage 3D de la cuve -emprunté à L. Nicolas [Nic02]- est représenté en Figure 3.70.

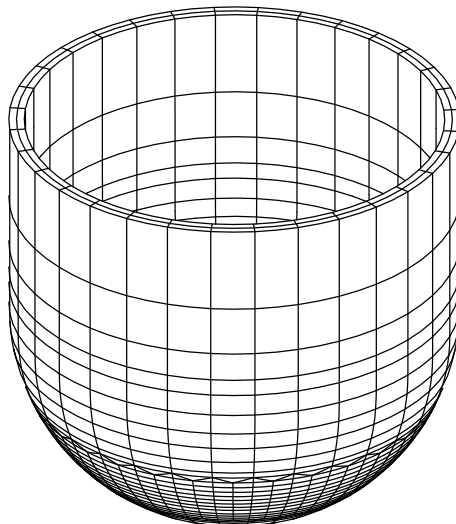


Figure 3.70 – Maillage de la cuve comportant 43433 noeuds i.e. 130299 degrés de liberté.

Le chargement thermique que nous avons utilisé en entrée du calcul mécanique réalisé correspond à une série de cartes définissant à tout instant la température en tout point du maillage [Nic02]. Ce champ de température et son évolution temporelle sont issus de mesures par thermocouples réalisées pendant l'essai et d'un calcul de thermique -effectué par ailleurs-. Le champ de température dans la cuve juste avant la rupture expérimentalement constatée est illustré par la Figure 3.71. L'évolution temporelle de la température au point le plus chaud au cours de l'essai est donnée en Figure 3.72.

Le chargement mécanique imposé à la structure correspond à la pression interne et au poids propre de la structure. L'évolution de la pression est donnée en Figure 3.73. Lors de la simulation cette évolution de la pression est appliquée en tout point de la paroi interne de la cuve. Par ailleurs, les conditions aux limites en déplacement imposées pendant la simulation correspondent au blocage dans les trois directions de l'espace de tous les noeuds du haut de la cuve, ce qui simule la fermeture de la cuve lors de l'essai par un couvercle garantissant l'étanchéité et très rigide. Les conditions aux limites et options de calcul sont résumées en Figure 3.74.

La température maximale au sein de la cuve imposées pendant l'essai ne dépassant pas la température de début de changement de phase austénitique du matériau, l'endommagement intergranulaire D_c n'est jamais actif. Lors d'une simulation effectuée sans couplage de l'endommagement avec l'élasticité, le calcul a été mené jusqu'à un temps de 191.26mn. Le champ d'endommagement ductile obtenu en fin de calcul (i.e. lorsque la valeur de l'endommagement au point critique est égale à 0.97) est

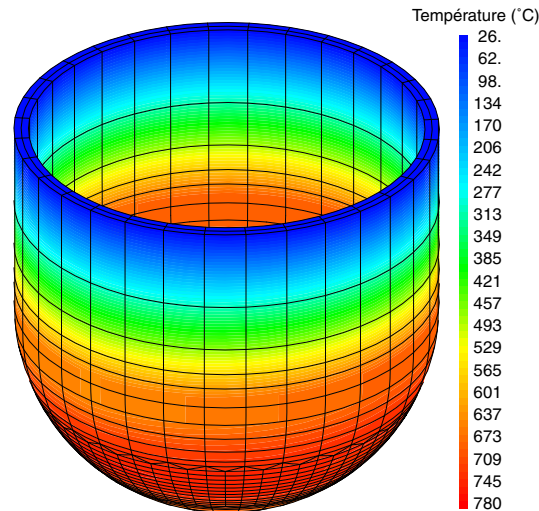


Figure 3.71 – *Température de la cuve à $t=199mn$ (durée totale de l'essai: 200mn).*

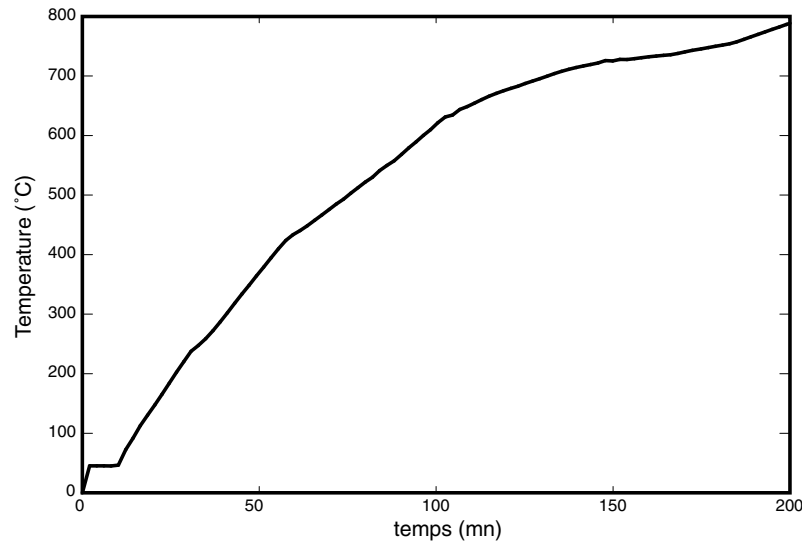


Figure 3.72 – *Evolution temporelle de la température au point le plus chaud lors de l'essai.*

représenté en Figure 3.75.

La faisabilité de la simulation avec couplage de l'endommagement avec l'élasticité a également été démontrée. Le point critique apparaît être le même que dans le cas où il n'y a pas couplage et le temps à rupture (défini comme l'instant où la valeur de l'endommagement au point critique se localise) est de 190.05mn -au lieu de 191.26mn-. Cette valeur de l'endommagement maximal calculé avec couplage est égale à 0.49. Par ailleurs, la valeur de l'endommagement calculée à l'instant 190.05mn sans couplage est égale à 0.69 -au lieu de 0.97-. Ces simulations ont été réalisées sur un ordinateur équipé d'un Pentium 4 de fréquence 2.4 GHz et de 1.5 Go de mémoire vive. La comparaison des temps CPU correspondant aux calculs sans ou avec couplage de l'endommagement avec l'élasticité est donnée dans le tableau 3.7.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

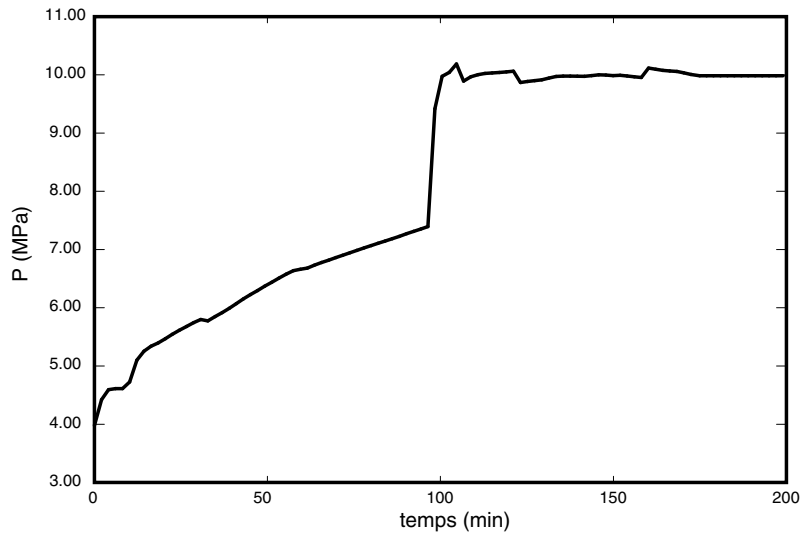


Figure 3.73 – Evolution temporelle de la pression au point le plus chaud lors de l'essai.

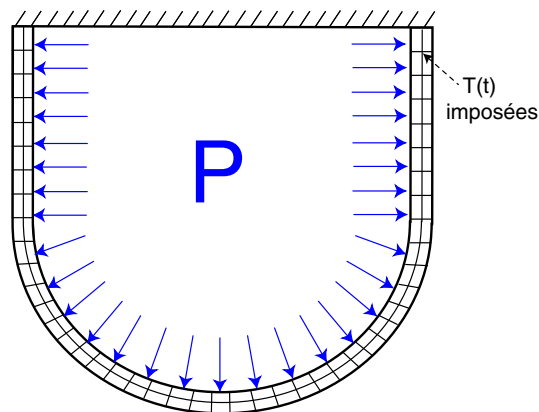
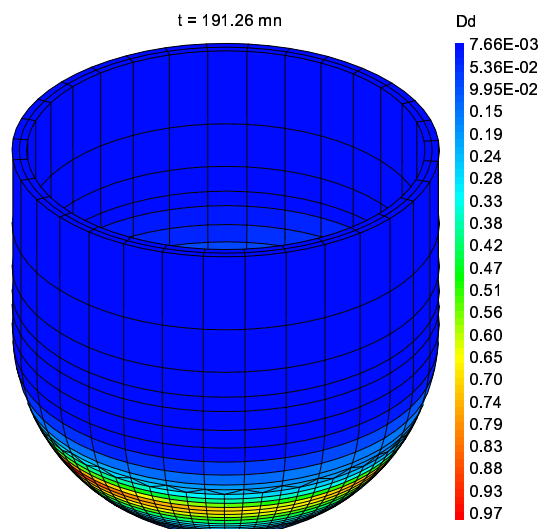


Figure 3.74 – Conditions aux limites imposées lors de la simulation.

Elle met en évidence que dans ce cas, négliger le couplage entre endommagement et élasticité diminue les temps de calcul -sans grande perte de précision sur le temps à rupture-. En conclusion, cette étude prouve

- la faisabilité pour des temps de calcul raisonnables et jusqu'à des valeurs d'endommagement très élevées du calcul d'une structure comportant plus de 130000 degrés de liberté soumise à un chargement thermo-mécanique complexe ;
- l'intérêt d'une étude ultérieure sur l'influence du couplage entre endommagement(s) et élasticité.

Figure 3.75 – Simulation de l'endommagement ductile à $t=191.26mn$.

Type de calcul	calcul mené jusqu'à (mn)	temps CPU (s)	temps CPU (h)
avec couplage	190.05	73700	20.5
sans couplage	190.05	59700	16.6
sans couplage	191.26	70000	19.4

Tableau 3.7 – Comparaison des calculs avec ou sans couplage de l'endommagement avec l'élasticité.

3.6 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons proposé une loi de comportement multimécanisme qui couple le comportement élasto-viscoplastique écrouissable avec deux mécanismes d'endommagement (ductile isotrope et de fluage anisotrope) et un mécanisme de croissance de grain. Dans ce modèle, conformément aux conclusions de l'étude métallurgique développée dans le Chapitre 2 de ce mémoire, la microstructure est caractérisée par la taille courante des grains et leur taille limite. Ce modèle permet de rendre compte des différences de comportement et d'endommagement en phase austénitique de l'ensemble de la famille d'acier 16MND5 selon la nuance et le chargement thermique auquel elle est soumise.

La forme modulaire additive du modèle choisi -contrairement à la forme multiplicative à une seule variable d'endommagement actuellement utilisée au CEA- facilite les identifications qualitative et quantitative -déterministe pour un matériau donné- des lois d'évolution des variables internes représentant chacun de ces mécanismes ainsi que de leurs couplages.

Une stratégie d'identification a été proposée en fonction des essais disponibles sur les différentes nuances. La mise en oeuvre de cette stratégie a permis d'identifier le modèle de comportement proposé de l'ambiante jusqu'à 1300°C -au prix d'une extrapolation du domaine de validité de ce modèle aux températures inférieures à la température d'austénitisation-.

3. Modélisation du comportement mécanique à haute température de la famille des aciers 16MND5

Cette loi de comportement a été implantée dans le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M et quelques simulations ont permis de prouver la robustesse et l'efficacité de ce modèle et de son implantation.

Ces points acquis permettent d'envisager l'utilisation de cet outil (modèle de comportement et implantation dans Cast3M) dans le cadre d'une analyse probabiliste d'une structure comme proposé en Chapitre 5 de ce mémoire.

Cependant, dans la perspective de la simulation numérique d'accidents graves dans une cuve de REP, différents développements restent à faire.

Un travail important de validation expérimentale du modèle proposé reste à faire dans le domaine austénitique. Ce travail devrait exploiter une partie de la base expérimentale déjà disponible ainsi que des essais à réaliser -par exemple sur les éprouvettes axisymétriques entaillées calculées dans ce chapitre- pour discriminer les deux mécanismes d'endommagement intra- et intergranulaire et valider la forme de leurs lois d'évolution.

L'extension du domaine de validité de ce modèle à des températures inférieures à la température d'austénitisation (au refroidissement comme au chauffage) doit être envisagée en intégrant les résultats déjà disponibles de différentes études menées sur cette famille de matériaux [LD84] [Mar99] [Cor01]...

Un travail de développement reste à faire dans Cast3M. Dans un premier temps, il conviendrait de développer un algorithme de calcul de pas de temps automatique basé sur un critère de stabilité. Dans un deuxième temps, il conviendrait de mettre en place une procédure de gestion robuste et efficace de la ruine de la paroi de la structure cuve: cela inclut une détection de l'instabilité géométrique éventuelle [CN00], une détection de la localisation de la déformation dans un élément, une procédure d'érosion des éléments.

Chapitre 4

Mise en place d'un outil de validation expérimentale

Sommaire

4.1	Introduction	128
4.2	Développement d'un nouveau moyen d'essai	129
4.2.1	Montage expérimental	129
4.2.1.1	Schéma	129
4.2.1.2	Enceinte thermique	130
4.2.1.3	Têtes d'amarrage	131
4.2.1.4	Capteurs d'effort	131
4.2.1.5	Chauffage par induction	132
4.2.2	Mesure des déformations	133
4.2.2.1	Caméra numérique et microscope optique longue distance	133
4.2.2.2	Principe de la corrélation d'images	133
4.2.2.3	Validation de la mesure des déformations par corrélation d'images à haute température	134
4.2.2.4	Capteurs LVDT	136
4.2.3	Mise au point des essais	137
4.2.3.1	Pilotage en température	137
4.2.3.2	Réalisation d'une atmosphère neutre autour de l'éprouvette	137
4.2.3.3	Pilotage en effort	137
4.2.4	Eprouvettes	138
4.3	Premier essai	139
4.3.1	Montage d'essai en situation	139
4.3.2	Résultats d'essai	141
4.3.3	Mécanismes d'endommagement	142
4.4	Conclusions	144

4.1 Introduction

Les lois de comportement et d'endommagement proposées dans le Chapitre 3 de ce mémoire ont été identifiées pour les deux nuances A et B de matériau à partir d'une partie de la base de données expérimentales disponible avant le début de cette étude. Une partie importante de cette base expérimentale reste à exploiter pour valider le modèle proposé ainsi que les identifications faites sur les deux nuances A et B ; il s'agit en particulier des essais à haute température sur tubes sous pression réalisés dans le cadre de l'étude Rupther sur la nuance A [GBM⁺99]. Cependant, quelques essais supplémentaires à haute température (≥ 900 °C) sont nécessaires pour plusieurs raisons.

Les lois de comportement et d'endommagement ont été identifiées à partir d'essais uniaxiaux réalisés sur des éprouvettes de type élément de volume. La forme des lois d'endommagement -en particulier de fluage- proposées, reste à valider grâce par exemple à des essais sur éprouvettes axi-symétriques entaillées (cf. Chapitre 3).

Les lois de comportement et d'endommagement ont été identifiées à partir d'essais de traction, relaxation ou fluage réalisés après stabilisation de la température et de la microstructure. Ces lois restent à valider pour des chargements thermo-mécaniques à l'histoire plus complexe, par exemple tels que le chargement mécanique est appliqué avant ou pendant le chargement thermique.

Enfin, l'analyse micrographique systématique des éprouvettes rompues devrait permettre de valider pour différentes nuances de matériau et différentes histoires de température, les corrélations postulées entre la microstructure (taille de grain austénitique) et le mode d'endommagement inter- ou intra-granulaire.

Mener à bien ces essais à haute température pose différentes difficultés expérimentales:

- chauffage à des températures élevées (≥ 900 °C),
- mesure de grandes déformations (jusqu'à 100% à rupture),
- oxydation et décarburation du 16MND5 à haute température.

Sur une machine d'essai standard -avec une tête d'amarrage fixe et une tête d'amarrage mobile- les grandes déformations envisagées conduisent à des déplacements finis du centre de l'éprouvette. On utilise alors généralement un four ce qui permet de maintenir homogène le champ de température. La mesure des déformations est alors souvent déduite de la mesure des déplacements des têtes de l'éprouvette, mais cette moyenne globale sur la longueur utile de l'éprouvette peut, en cas de striction, conduire à une sous-estimation des déformations locales.

Face à ces problèmes nous avons choisi de développer un montage d'essai original. Pour résoudre le premier problème, nous avons choisi d'utiliser le système de chauffage par induction disponible au LMT-Cachan, qui présente l'avantage de permettre des chargements thermiques éventuellement plus rapides que ceux réalisables dans un four. Pour le second problème, nous avons choisi non seulement une mesure du déplacement des têtes de l'éprouvette mais aussi une mesure optique sans contact, ce qui présente l'avantage -par rapport à un extensomètre- de ne pas être limité en amplitude de déformation et de ne pas exercer d'effort parasite sur l'éprouvette (dont la raideur peut être très faible à haute température). Enfin, pour répondre au

troisième problème, nous nous sommes inspirés de l'enceinte à atmosphère contrôlée qu'avait développée M. Coret durant sa thèse au LMT-Cachan [Cor01]. La mise en oeuvre simultanée de ces différentes solutions nous a conduit à réaliser ces essais sur la machine d'essai triaxiale ASTREE (Figures 4.1 et 4.2). Nous n'utilisons qu'un axe (l'axe vertical), mais en exploitant l'avantage qu'offre cette machine de permettre l'application d'un chargement identique à chaque extrémité de l'éprouvette grâce à deux vérins en opposition, ce qui permet de garder le centre de l'éprouvette fixe par rapport au bâti de la machine pendant l'essai. Cette configuration originale permet de positionner le système de chauffage (un inducteur) et le système de mesure des déformations locales (un microscope optique longue distance et une caméra CCD) face à ce point fixe de l'éprouvette.

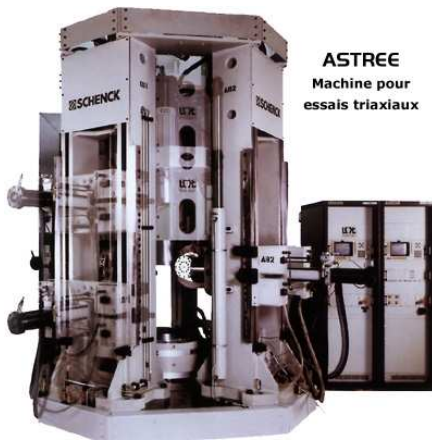


Figure 4.1 – *Vue globale de la machine d'essais triaxiale ASTREE.*

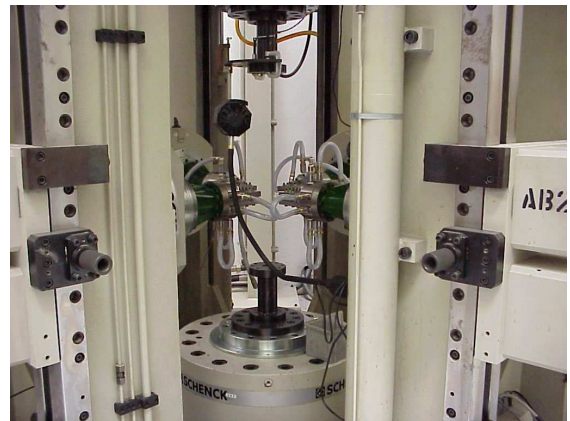


Figure 4.2 – *Espace d'essais de la machine d'essais triaxiale ASTREE.*

Le principe et la mise au point de ce montage d'essai ainsi que le résultat d'un premier essai réalisé sur la nuance B font l'objet des paragraphes ci-dessous.

4.2 Développement d'un nouveau moyen d'essai

4.2.1 Montage expérimental

4.2.1.1 Schéma

Nous avons donc conçu un montage d'essai adapté pour des éprouvettes cylindriques ou des éprouvettes axi-symétriques entaillées. Le principe du montage est donné en Figure 4.3.

Le montage d'essai est entièrement symétrique par rapport au plan médian (point fixe à mi-distance des deux vérins en opposition). Nous avons conçu deux têtes d'amarrage, quatre plateaux adaptateurs et une enceinte thermique composée de deux demi-gouttières. Les plateaux adaptateurs sont rendus nécessaires par l'utilisation de cellules d'effort annexes, plus sensibles que celles de la machine. L'ensemble têtes d'amarrage et enceinte thermique a été conçu pour contrôler au mieux une atmosphère non oxydante et non décarburante (à base d'argon) autour de l'éprouvette.

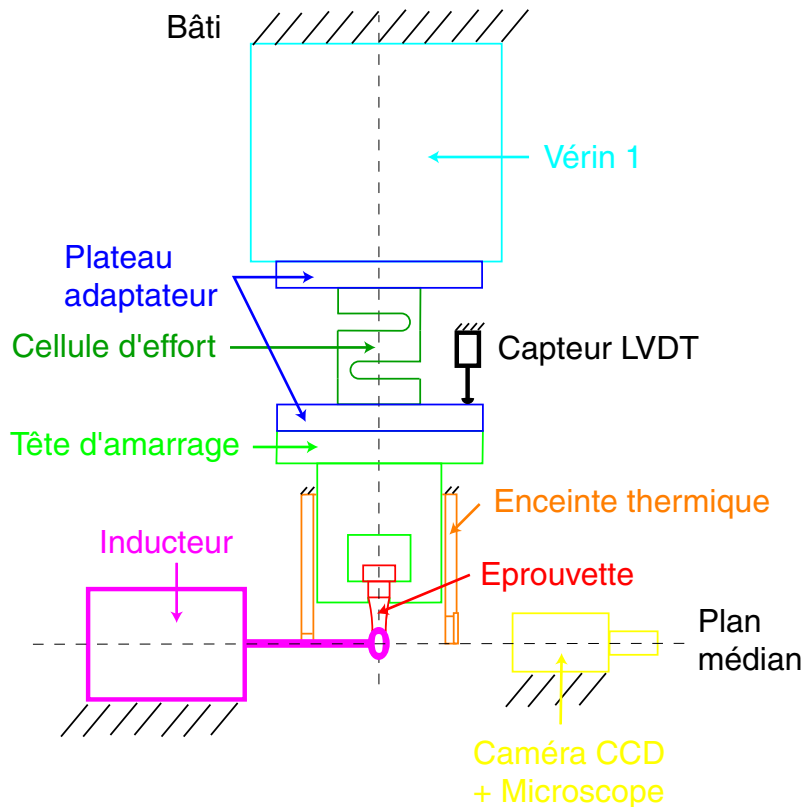


Figure 4.3 – Schéma du montage d'essai.

L'inducteur, l'enceinte thermique, la caméra CCD, le microscope optique longue distance et les 2 capteurs LVDT sont fixés sur le bâti de la machine. La conception du montage et des différentes pièces le composant a été réalisée sur SolidWorks ce qui a permis de maîtriser les jeux et l'encombrement des différentes pièces. Une représentation volumique du montage est donnée en Figure 4.4.

4.2.1.2 Enceinte thermique

Pour maintenir une atmosphère neutre autour de la zone chauffée de l'éprouvette, nous avons conçu une enceinte confinée limitant les fuites au niveau des têtes d'amarrage et de l'inducteur. Cette enceinte doit laisser le passage de l'inducteur, permettre la mesure optique et laisser possible le déplacement des têtes d'amarrage. Un jeu de 1mm sur le diamètre permet le déplacement des têtes d'amarrage dans l'enceinte. Cette enceinte est en aluminium, pour limiter sa masse, et munie d'une lumière et d'un hublot (en vitro-céramique apte à résister aux températures d'essai), pour permettre la mesure optique. Pour permettre le montage de l'éprouvette et de l'inducteur, l'enceinte est constituée de deux demi-gouttières. Elle est par ailleurs munie de quatre taraudages, pour permettre de visser les buses d'alimentation en argon.

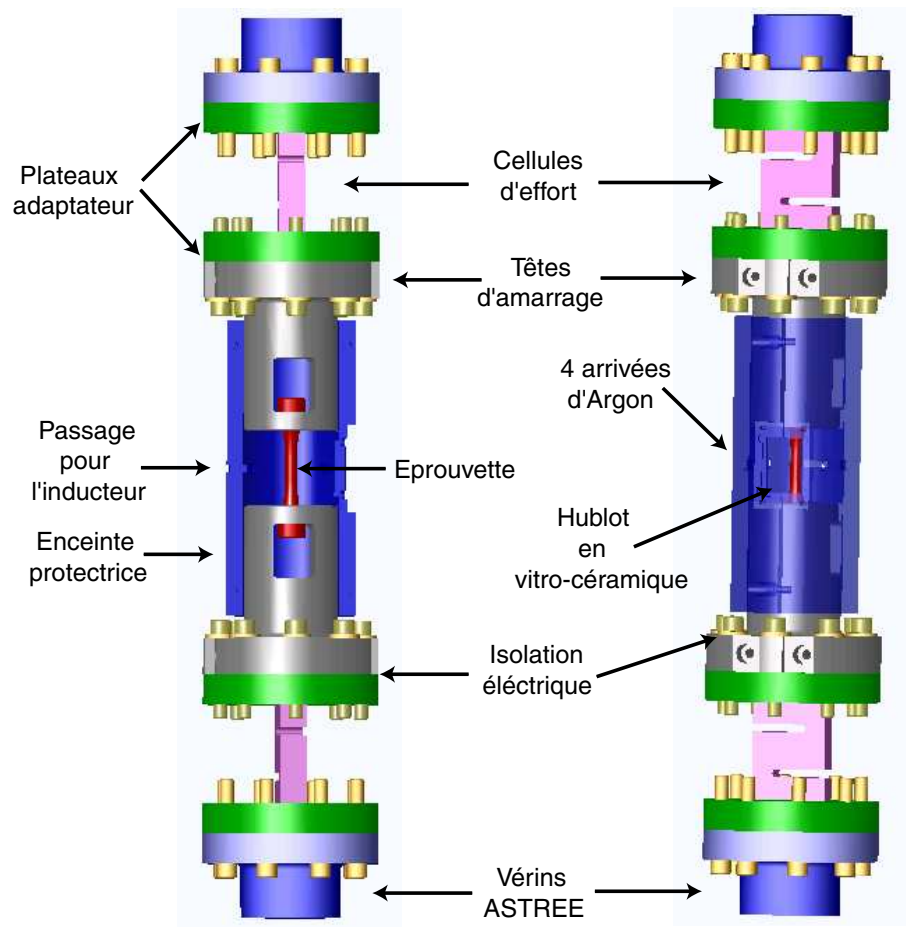


Figure 4.4 – Conception du montage sur SolidWorks.

4.2.1.3 Têtes d'amarrage

Les têtes d'amarrage assurent la liaison entre l'éprouvette et les vérins. Elles doivent avoir de bonnes propriétés mécaniques et dimensionnelles, mais également résister à la corrosion. Nous avons opté pour un acier inoxydable fortement allié : le Z30Cr13 qui permet après traitements thermiques d'avoir une haute limite élastique. Le chrome présent en grande quantité dans le matériau permet de résister à la corrosion. De plus, deux canaux traversent chaque tête pour les refroidir à l'aide du circuit d'eau de refroidissement du chauffage par induction.

La liaison entre l'éprouvette et la tête d'amarrage est réalisée à l'aide d'un appui plan et d'un centrage court cylindrique. Ces surfaces fonctionnelles doivent être de très bonne qualité et parfaitement positionnées par rapport aux autres surfaces fonctionnelles de mise en position.

4.2.1.4 Capteurs d'effort

Les essais prévus (à 900°C) concernent des éprouvettes cylindriques avec un diamètre de 10mm soumises à des contraintes variant de 13 à 40MPa, soit des efforts

compris entre 1020 et 3150 newtons. Nous utiliserons l'axe vertical de la machine d'essai ASTREE. Chaque vérin de cet axe comporte un capteur d'effort et un capteur de déplacement. Cependant, la plus petite gamme d'effort étant de $\pm 25\text{KN}$ (ce qui est bien trop important), nous avons intercalé entre les vérins et l'éprouvette des cellules d'effort de 5KN mieux adaptées pour piloter la machine. Après avoir été câblés, ces capteurs ont été étalonnés sur la machine, en traction à l'aide de poids. De plus, les courants induits par le chauffage pouvant perturber la mesure de l'effort, ces cellules d'effort sont isolées électriquement de l'éprouvette (par une plaque isolante, un centreur en plastique entre les têtes d'amarrage et les plateaux adaptateurs, des rondelles en plastique sous les têtes de vis et de la gaine thermo-rétractable autour de la partie cylindrique des vis).

4.2.1.5 Chauffage par induction

Nous disposons au laboratoire d'un système de chauffage par induction Celes de 18 kW. Il est constitué d'un générateur apériodique à triode, fournissant le signal haute fréquence que reçoit le circuit oscillant, c'est à dire la boîte de capacités et l'inducteur. Le principe de fonctionnement du chauffage par induction est le suivant: une tension alternative passe dans l'inducteur (un tube de cuivre) qui entoure la zone centrale de l'éprouvette. Le champ magnétique créé engendre des courants de Foucault qui chauffent par effet Joule l'éprouvette en matériau conducteur. Ce système de chauffage par induction peut être asservi à l'aide du régulateur Eurotherm 9000HP programmable. L'avantage du chauffage par induction est d'obtenir des cinétiques de chauffage très variables, de quelques $^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ à $200^{\circ}\text{C}/\text{s}$. L'inconvénient est que le champ de température dépend très fortement de la géométrie et de la position de l'inducteur, mais également des caractéristiques thermiques de l'induit, qui peuvent varier fortement en fonction de la température (passage du point de Curie). Les inducteurs axiaux "bobinés" autour de l'éprouvette sont très efficaces et permettent d'obtenir des champs de température homogènes sur des longueurs importantes; ils ont cependant l'inconvénient de limiter le champ d'observation. Pour notre étude, nous avons donc fabriqué un inducteur d'une autre géométrie (cf. Figure 4.5) et avec un encombrement assez petit pour permettre son insertion dans l'enceinte thermique.

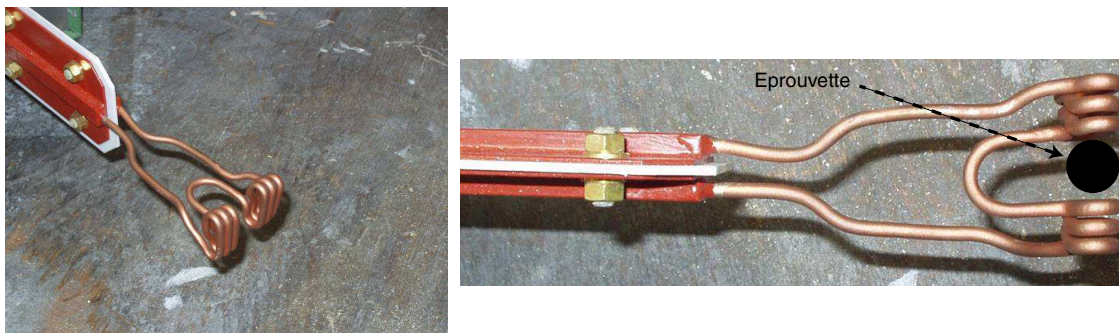


Figure 4.5 – Géométrie de l'inducteur.

Pour quantifier l'hétérogénéité du champ de température obtenu avec cet inducteur (d'environ 25 mm de haut), un premier essai de chauffage a été réalisé sur une

éprouvette cylindrique équipée de quatre thermo-couples soudés. Le positionnement des thermo-couples par rapport à l'inducteur et le résultat des mesures sont donnés en Figure 4.6.

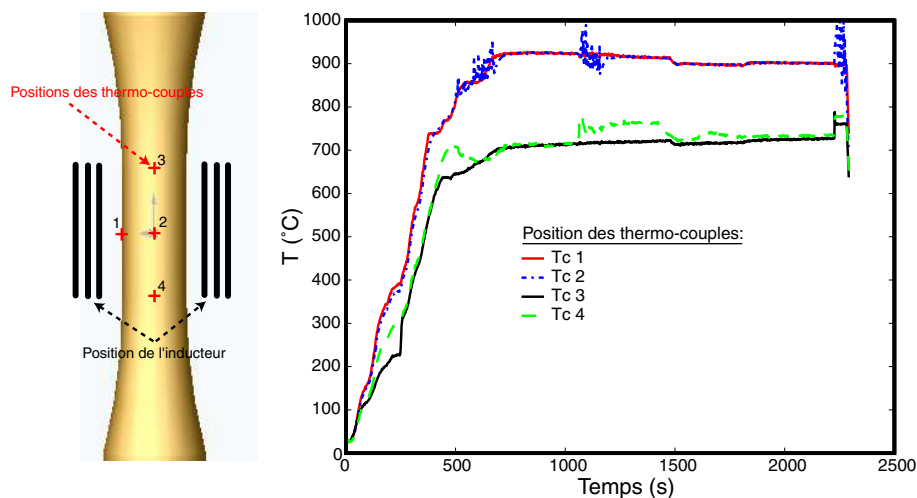


Figure 4.6 – Hétérogénéité du champ de température dans l'éprouvette.

Nous constatons qu'à 900°C au centre de l'éprouvette, cette géométrie d'inducteur conduit à un écart de température d'environ 150°C entre les parties de l'éprouvette qui sont en vis à vis avec le haut ou le bas de l'inducteur et le centre de l'éprouvette. Ce champ de température apparaît donc symétrique par rapport au plan médian (défini en Figure 4.3) mais avec un gradient important. Il convient de noter que l'utilisation d'un inducteur de dimensions plus importantes permettrait d'obtenir un champ de température plus homogène.

4.2.2 Mesure des déformations

4.2.2.1 Caméra numérique et microscope optique longue distance

Nous disposons au laboratoire d'une caméra Pixelfly noir et blanc de résolution 1024*1280 pixels codés sur 12 bits (soient 4096 niveaux de gris possibles). La caméra numérique CCD permet la prise d'images et elle est fixée derrière le microscope optique longue distance (MOLD), qui a pour fonction de viser une petite zone de l'éprouvette, typiquement 2mm*2 mm. Ceci permet de s'affranchir de l'hétérogénéité du champ de température en faisant une mesure locale. La face avant du MOLD est située à une distance d'environ 25 cm de la surface à mesurer. Les déformations sont déduites d'un ensemble d'images enregistré en cours d'un essai par une technique de corrélation d'images développée au LMT-Cachan [HRB⁺02].

4.2.2.2 Principe de la corrélation d'images

Le logiciel de corrélation d'images CORRELI [HRB⁺02] permet entre deux images successives (de la zone de l'éprouvette dont on veut mesurer les déformations) de calculer un déplacement aux noeuds d'un maillage et donc de connaître les déformations. Les images obtenues doivent avoir des propriétés de contraste suffisantes,

i.e. un histogramme de niveaux de gris étalé. Pour obtenir ces bonnes propriétés lors d'essais à température ambiante, la surface de l'éprouvette est éclairée et un mouche-tis aléatoire de peintures noire et blanche est déposé sur la surface de l'éprouvette. En utilisant le MOLD, la rugosité et les aspérités naturelles de l'éprouvette peuvent suffire.

Le principe du logiciel Correli repose sur la maximisation d'un produit de corrélation de 2 fonctions. Un maillage est dessiné sur la ROI_{ref} ("Region Of Interest"). En chaque noeud de ce maillage, le logiciel calcule le déplacement moyen entre la ZOI_{ref} et ZOI_{def} ("Zone Of Interest", imagerie en configuration de référence et en configuration déformée). Un exemple d'image de référence et d'image déformée est donné en Figure 4.8. Le déplacement entre la ZOI_{ref} et ZOI_{def} est déduit de l'évolution du signal digitalisé des niveaux de gris de la caméra CCD (entre la configuration de référence et la configuration déformée). Le vecteur déplacement plan inconnu \underline{u} , supposé constant localement, est déduit du signal $g(\underline{x})$ égal au signal de référence $f(\underline{x})$ décalé, $f(\underline{x} - \underline{u})$, et légèrement perturbé par un bruit de mesure aléatoire $b(\underline{x})$:

$$g(\underline{x}) = f(\underline{x} - \underline{u}) + b(\underline{x}) \quad (4.1)$$

L'évaluation de \underline{u} se fait par minimisation de la norme de la différence entre $f(\underline{x} - \underline{v})$ et $g(\underline{x})$:

$$\min_v \| g(\underline{x}) - f(\underline{x} - \underline{v}) \|^2 \quad (4.2)$$

Si, on utilise une norme quadratique usuelle $\| f \|^2 = \int_{-\infty}^{+\infty} | f(\underline{x}) |^2 d\underline{x}$, le problème de minimisation précédent est équivalent à la maximisation de la quantité $h(\underline{v})$ définie par

$$h(\underline{v}) = (g \star f)(\underline{v}) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} g(\underline{x}) f(\underline{x} - \underline{v}) d\underline{x} \quad (4.3)$$

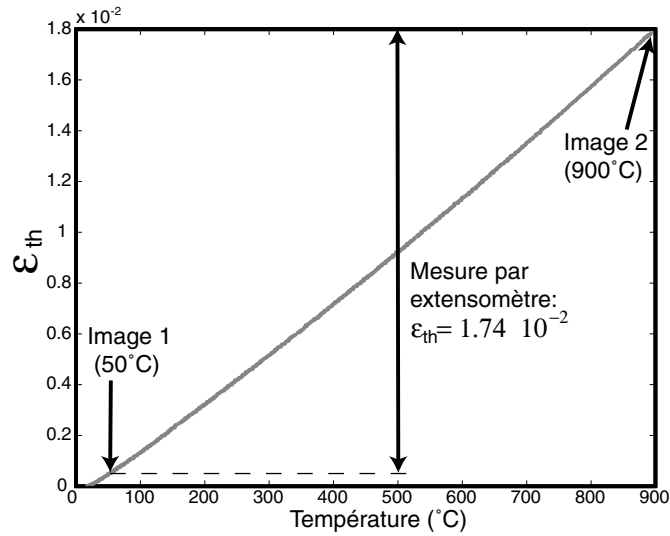
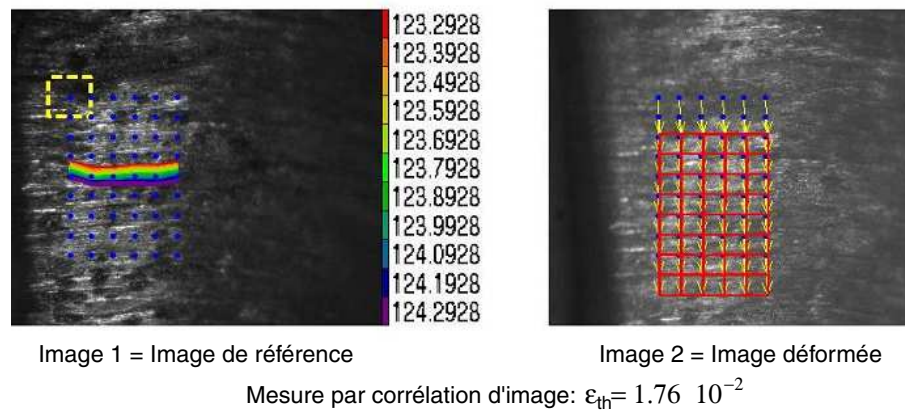
où \star définit l'opérateur d'inter-corrélation, évalué en utilisant la Transformée de Fourier Rapide.

Le principe de la technique de la corrélation d'image est ici exposé dans ses grandes lignes. En réalité, le logiciel met en oeuvre un algorithme beaucoup plus complexe avec une résolution multi-échelle pour le rendre plus robuste.

4.2.2.3 Validation de la mesure des déformations par corrélation d'images à haute température

Le logiciel CORRELI a déjà fait ses preuves sur différents matériaux à différentes échelles [HRB⁺02] [Mar03] [Bou01] mais il n'a jamais été utilisé à très haute température. Dans ces conditions particulières, plusieurs problèmes peuvent apparaître liés à la perturbation de la mesure induite par l'oxydation de la surface de l'éprouvette et le rayonnement du matériau.

Nous avons tout d'abord validé l'utilisation de cette technique sur un essai de dilatation de 20 à 900°C en comparant une mesure par extensométrie classique avec une mesure optique par corrélation d'images. Cet essai a été réalisé à l'air libre sur

Figure 4.7 – *Mesure des déformations de dilatation par extensométrie.*Figure 4.8 – *Mesure des déformations de dilatation par corrélation d'images.*

une éprouvette en inconel ne s'oxydant pas à haute température. La comparaison des deux mesures de déformation est illustrée par les Figures 4.7 et 4.8.

La mesure des déformations par corrélation d'images apparaît relativement robuste ; en effet, alors que les deux images sont prises à des températures extrêmement différentes (50 et 850°C) -ce qui correspond à des propriétés optiques différentes- l'algorithme de corrélation converge. Par ailleurs, les deux méthodes de mesure donnent des déformations similaires (1.74 et 1.76 10^{-2}).

Nous avons ensuite validé l'utilisation de cette technique dans les véritables conditions d'essai : utilisation de l'enceinte sous flux d'argon, acquisition de l'image à travers le hublot, pilotage de l'essai en effort. Une faible charge a été appliquée à 900°C et le résultat de mesure des déformations à l'aide de la corrélation entre deux images successives est donnée en Figure 4.9.

Nous constatons que la corrélation d'images fonctionne légèrement moins bien

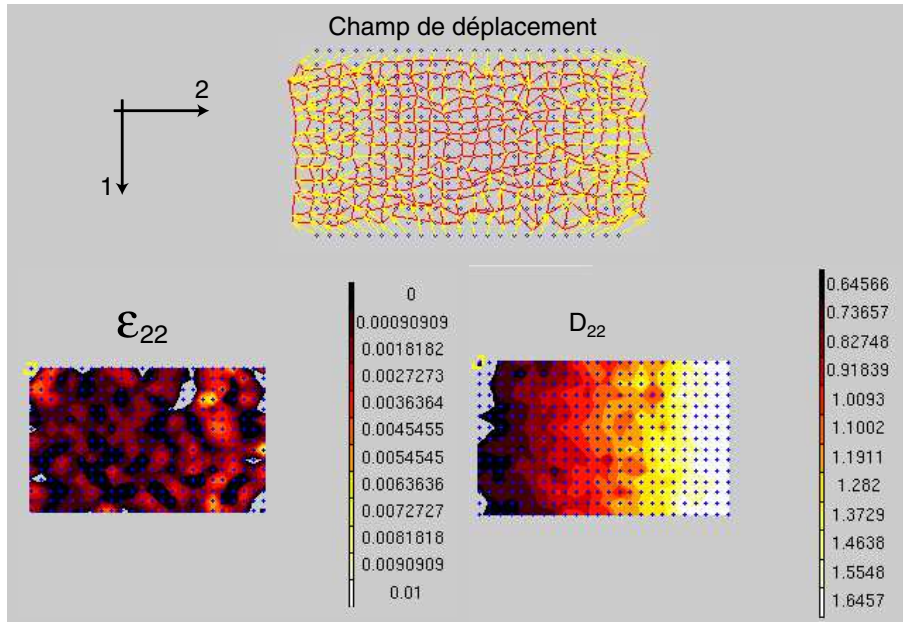


Figure 4.9 – *Mesure des déformations par corrélation d'images dans les vraies conditions d'essai.*

que dans le cas précédent : en quelques points du maillage, les déplacements calculés sont entachés d'erreur mais le résultat de la mesure reste acceptable. Le champ de déplacement montre que le centre de l'éprouvette reste fixe par rapport au bâti de la machine et que les isovaleurs de déplacement sont approximativement perpendiculaires à la direction de chargement.

4.2.2.4 Capteurs LVDT

La faisabilité de la mesure des déformations par corrélation d'images pendant les essais à haute température a été démontrée (cf. paragraphe précédent), et l'utilisation d'une zone de corrélation assez petite -sur laquelle on moyenne les déformations- permet de définir une mini-jauge de déformation. Cependant, un essai conduit jusqu'à rupture (présenté à la fin de ce chapitre) a permis de mettre en évidence que le domaine de validité de cette technique de mesure est limitée par l'apparition de la striction précédant la rupture ; en effet le déplacement hors plan induit par cette striction rend alors la mesure des déformations par corrélation d'images trop délicate. Nous avons donc décidé d'utiliser en plus de la mesure des déformations par corrélation d'images, une mesure classique par capteurs LVDT. Les deux capteurs utilisés permettent de mesurer les déplacements relatifs des plateaux, et donc les déplacements relatifs des têtes de l'éprouvette. L'utilisation simultanée des deux techniques de mesure de la déformation, permet d'identifier en début d'essai la longueur équivalente ensuite utilisée pour déduire la déformation des mesures par capteurs LVDT -lorsque la striction est trop prononcée et la mesure des déformations par corrélation d'images impossible-.

4.2.3 Mise au point des essais

4.2.3.1 Pilotage en température

Une des limitations de notre montage est liée à la durée des essais, égale au plus à quelques heures. Cela ne permettra donc pas des histoires thermiques comparables (voir Figure 4.10) à celles déjà réalisées lors des essais de fluage présentés dans les chapitres précédents pour lesquels des temps de maintien de la température de 10 heures avant application du chargement mécanique avaient été réalisés afin de stabiliser la taille des grains austénitiques.

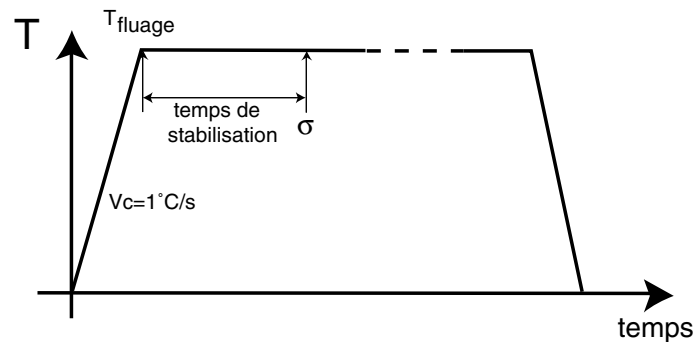


Figure 4.10 – Machine d'essais triaxiale ASTREE.

Lors de la mise en oeuvre de notre système de chauffage sur le matériau objet de cette étude une autre difficulté est apparue. Le pilotage de la température avec le module Eurotherm est réalisé à l'aide d'un thermocouple soudé sur l'éprouvette. La qualité de l'asservissement en température dépend donc de la qualité du soudage. Malheureusement, un soudage garantissant une mesure correcte pendant toute la durée de l'essai est apparu extrêmement difficile à réaliser. En effet, des fluctuations de la mesure de la température apparues au bout d'un certain temps lors des essais de mise au point semblent être dues à l'apparition d'une couche d'oxyde à la surface de l'éprouvette entre les deux fils du thermocouple soudés séparément. Ces fluctuations de la mesure de température entraînant immédiatement une instabilité de l'asservissement nous avons préféré réaliser le pilotage en température manuellement et souder les deux fils du thermocouple sur un même point de l'éprouvette.

4.2.3.2 Réalisation d'une atmosphère neutre autour de l'éprouvette

Pour préserver l'éprouvette de l'oxydation et de la décarburation, un flux continu d'argon est maintenu dans l'enceinte -non étanche à cause des trous permettant le passage de l'inducteur et de l'éprouvette-. Le débit d'argon -fonction des fuites- a été optimisé et gardé constant pendant tous les essais afin de garantir une légère surpression autour de l'éprouvette.

4.2.3.3 Pilotage en effort

Nous avons choisi de réaliser les essais de fluage à effort constant, ce qui est moins délicat que de les réaliser à contrainte constante. La machine d'essai triaxiale

ASTREE, choisie pour que le centre de l'éprouvette reste fixe lors des essais et ainsi garantir le chauffage et la mesure des déformations du même point pendant tout l'essai, peut être pilotée avec trois modes d'asservissement différents [Cal97]. Nous avons choisi d'utiliser le deuxième mode d'asservissement qui permet de piloter la demi-somme des efforts des 2 vérins et la demi-somme des déplacements des 2 vérins et donc d'imposer une histoire d'effort constant et un déplacement opposé des deux vérins. Par ailleurs, le mode d'asservissement permettant de piloter manuellement le déplacement de chaque vérin a été utilisé pour monter ou démonter l'éprouvette.

De plus, les efforts mis en jeu étant en général faibles à haute température, les caractéristiques du correcteur PID (proportionnel-intégrale-dérivée) de l'asservissement ont été modifiés afin d'assurer un asservissement stable en effort. Enfin, il convient de noter que lorsque l'essai est piloté en effort, la gestion de la rupture de l'éprouvette est toujours délicate (risque d'endommagement du matériel). Dans notre cas, lors de la rupture, les vérins reviennent en début de course, et il suffit de concevoir l'ensemble du montage pour qu'il n'y ait aucune collision et des flexibles d'eau de refroidissement des têtes d'amarrage assez longs.

4.2.4 Eprouvettes

Nous avons choisi deux types de géométrie d'éprouvette (Figures 4.11 et 4.12). Le premier type de géométrie (Figure 4.11), classique au LMT-Cachan, correspond à des éprouvettes cylindriques et permet de réaliser tout type d'essai unidimensionnel : traction, compression, fatigue. Le deuxième type de géométrie (Figure 4.12), correspond à des éprouvettes axi-symétriques entaillées et permet d'étudier l'influence de la triaxialité des contraintes sur l'évolution de l'endommagement [BBL91] [Bes01] [Piq89] et donc la forme des lois d'endommagement. La géométrie de ces éprouvettes -avec différents rayons d'entaille- a déjà été présentée dans le Chapitre 3 de ce mémoire. L'état de contrainte n'étant pas homogène dans la zone utile de ces éprouvettes, le dépouillement des essais nécessite une étape de simulation numérique par la méthode aux éléments finis.

Le prélèvement des éprouvettes a été réalisé dans les morceaux de nuance A et B dans lesquels ont été également prélevées les éprouvettes ayant servi aux mesures de PTE (cf. Figures 2.1 et 2.2 du Chapitre 2). Les éprouvettes ont été usinées à partir de morceaux parallélépipédiques sciés, une attention particulière ayant été apportée aux conditions de coupe et lubrification afin de ne pas modifier la microstructure de l'acier pendant l'usinage. Les éprouvettes usinées sont représentées en Figure 4.13.

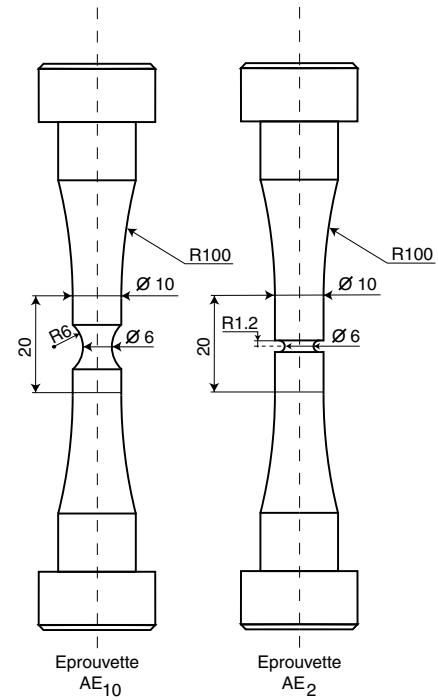
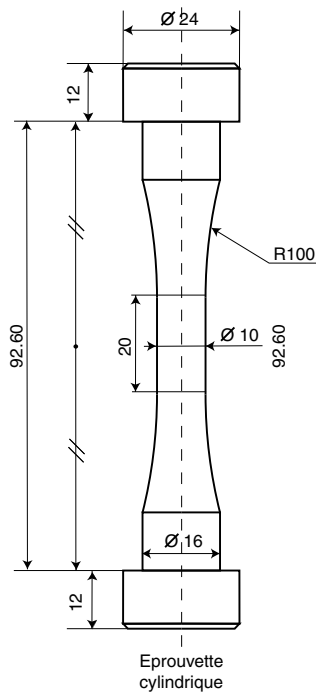


Figure 4.11 – Géométrie des éprouvettes cylindriques.

Figure 4.12 – Géométrie des éprouvettes axi-symétriques entaillées (AE_x).



Figure 4.13 – Photos des différentes géométries des éprouvettes usinées.

4.3 Premier essai

4.3.1 Montage d'essai en situation

La mise au point assez longue des essais a fait l'objet de l'encadrement d'un stage de DEA [Ede04]. Le montage en situation est représenté sur les Figures 4.14 et 4.15.

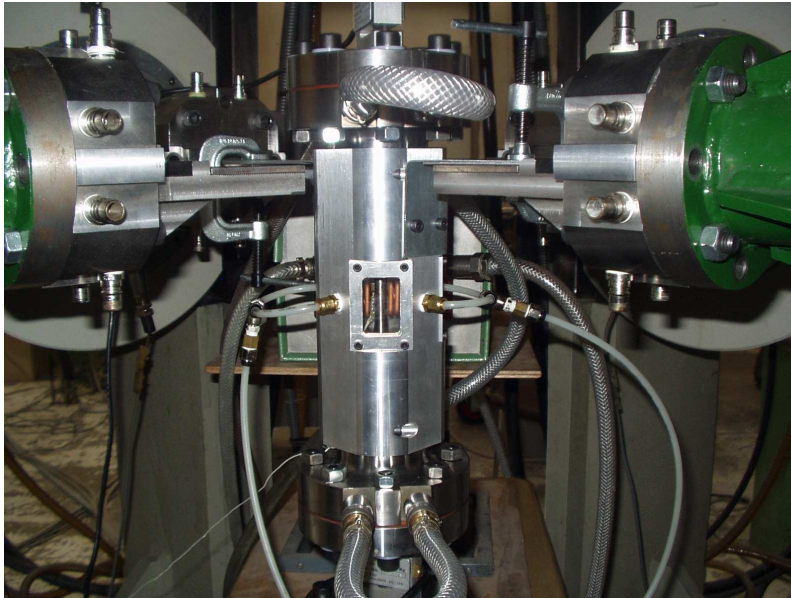


Figure 4.14 – *Photo du montage expérimental en situation.*

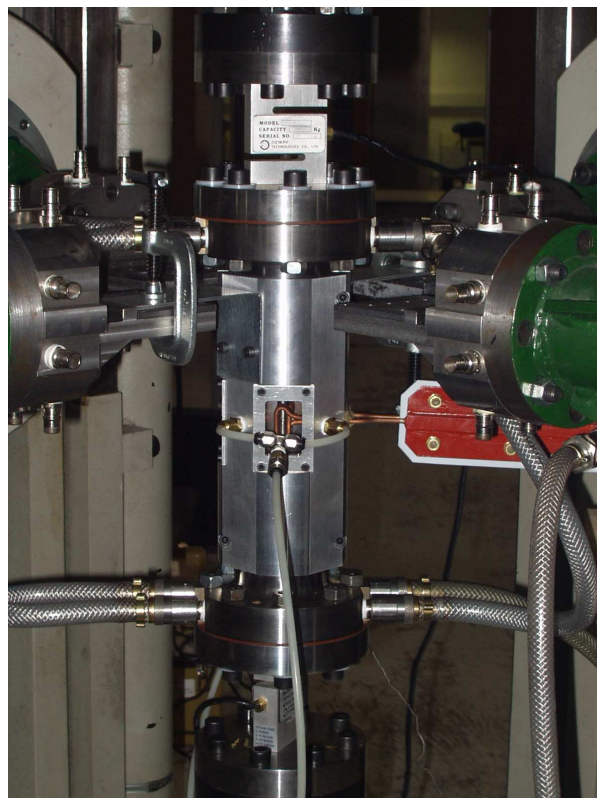


Figure 4.15 – *Photo du montage expérimental en situation.*

4.3.2 Résultats d'essai

Faute de temps, nous n'avons pu réaliser -après les essais de mise au point- qu'un seul essai de fluage à 900°C et 38.2MPa sur le matériau 16MND5 de nuance B. Le chargement thermo-mécanique imposé au point central de l'éprouvette est représenté sur la Figure 4.16.

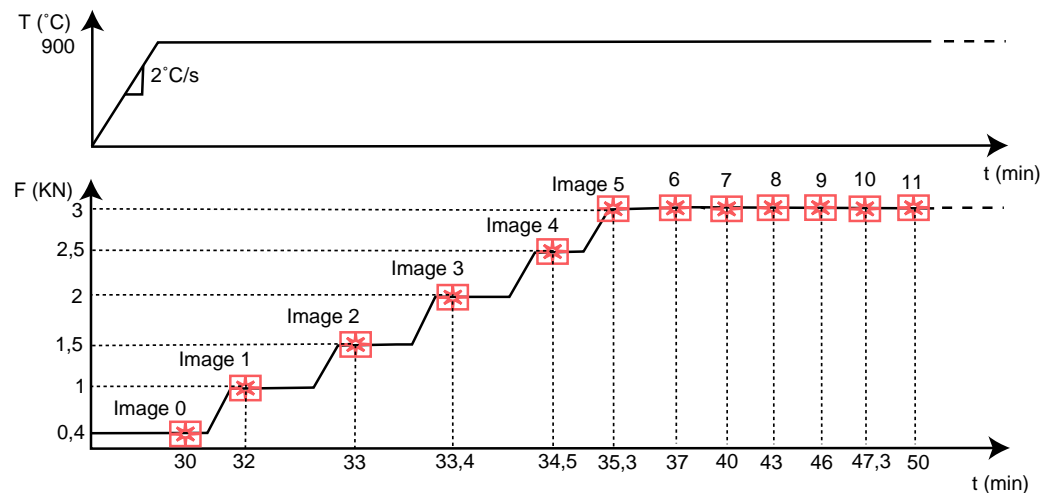


Figure 4.16 – *Chargement imposé et instants de prise des photos.*

Le début des courbes de comportement, enregistré à l'aide de la mesure des déformations par corrélation d'images, est donné en Figures 4.17 et 4.18.

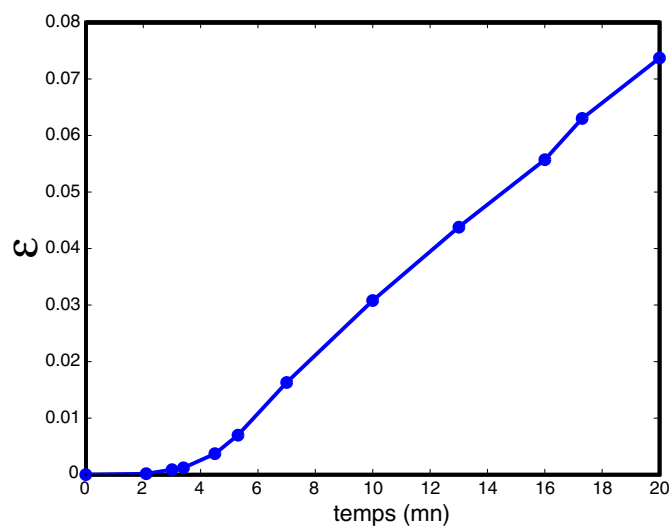


Figure 4.17 – *Courbe contrainte-déformation dans la direction de traction (16MND5 nuance B à 900°C).*

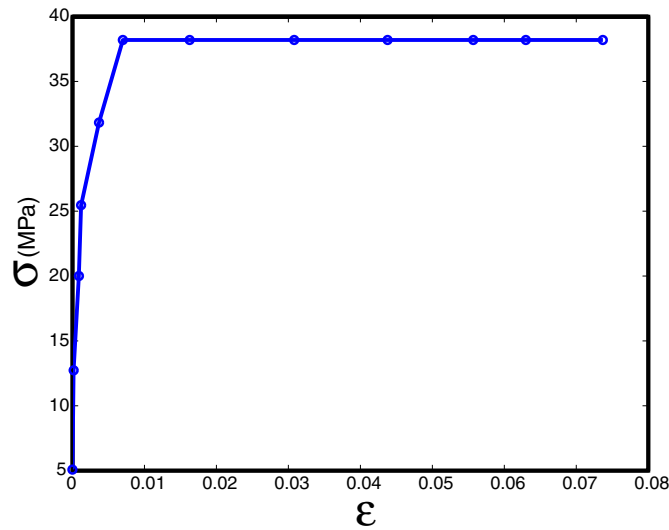


Figure 4.18 – Histoire des déformations mesurées par corrélation d'images (16MND5 nuance B à 900°C).

Bien que les déformations n'aient pas pu être mesurées par corrélation d'images jusqu'à la fin de l'essai à cause de la striction, l'essai a été conduit jusqu'à rupture. Des photos de l'éprouvette rompue sont données en Figure 4.19. Nous constatons que la striction est relativement faible, ce qui est cohérent avec le trou de ductilité reconnu de la nuance B du 16MND5 à ce niveau de température.



Figure 4.19 – Photos de l'éprouvette après rupture.

4.3.3 Mécanismes d'endommagement

Nous avons tronçonné l'éprouvette rompue dans le sens de la longueur afin d'observer au microscope électronique à balayage (MEB) d'éventuelles traces d'endommagement près de la zone de la rupture. Après polissage et attaque au nital (voir la composition en Annexe A), nous avons obtenu les micrographies données en Figures 4.20 et 4.21.

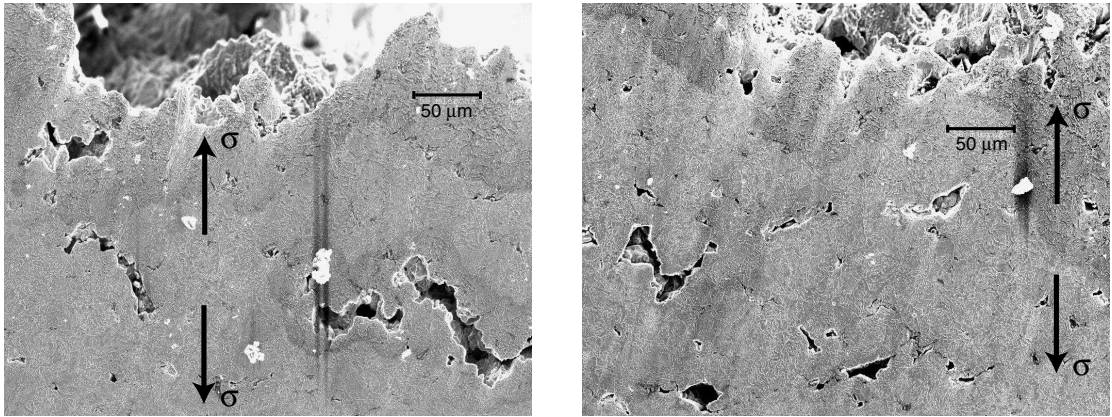


Figure 4.20 – *Micrographies (MEB) au voisinage de la surface de rupture.*

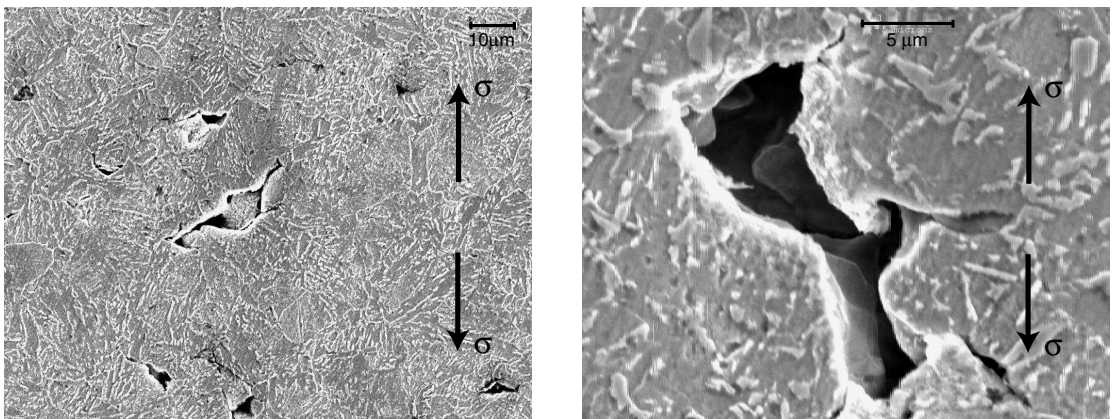


Figure 4.21 – *Micrographies (MEB) au voisinage de la surface de rupture.*

Les micro-cavités proches de la zone rompue de l'éprouvette ainsi mises en évidence sont majoritairement parallèles à la surface de rupture et donc perpendiculaires à la direction de la contrainte uniaxiale appliquée.

Ces observations confirment expérimentalement que dans ces conditions le mécanisme d'endommagement prépondérant de ce matériau est celui dit de fluage, noté D_c dans le modèle proposé dans le Chapitre 3 de ce mémoire. Le temps à rupture prévu avec ce modèle et les coefficients identifiés et donnés au Chapitre 3 -en faisant l'hypothèse que seul l'endommagement D_c est actif- est égal à $t_{rupture\,simule} = 5020s$, ce qui est en accord avec la valeur expérimentale mesurée égale à $t_{rupture} = 4640s$.

4.4 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons montré la faisabilité d'essais de fluage à haute température à l'aide du montage expérimental original que nous avons développé. En maintenant fixe la partie utile de l'éprouvette, ce montage permet de garantir sur cette partie utile un chauffage constant en cours d'essai. Le gradient de température plus ou moins important mais toujours présent avec le type d'inducteur choisi permet une mesure locale de la déformation par corrélation d'images au point le plus chargé. Il convient cependant de noter les difficultés posées par l'apparition de la striction lors de ces mesures optiques.

Un essai de recalage effectué sur la nuance B de 16MND5 a été concluant : mécanisme d'endommagement dit de fluage identifié par des observations micrographiques post-mortem et temps à rupture conforme aux prévisions du modèle développé et identifié au Chapitre 3.

Les délais n'ont pas permis de mener à bien l'ensemble de la campagne d'essais (sur éprouvettes cylindriques ou axi-symétriques entaillées) prévue pour valider la loi de comportement et surtout les deux lois d'endommagement proposées au Chapitre 3. Cette campagne expérimentale envisagée correspond aux essais donnés dans le tableau 4.1.

Temp. (°C)	Contrainte (MPa)	Type de chargement	Nuance 16MND5	Géométrie éprouvette
900	38.2	σ après T	A	Cylindrique
900	38.2	T après σ	A	Cylindrique
900	38.2	T après σ	B	Cylindrique
900	σ_1	σ après T	A	AE10
900	σ_1	σ après T	A	AE2
900	$\sigma_2(\geq \sigma_1)$	σ après T	A	AE10
900	$\sigma_2(\geq \sigma_1)$	σ après T	A	AE2
900	σ_1	σ après T	B	AE10
900	σ_1	σ après T	B	AE2
900	$\sigma_2(\geq \sigma_1)$	σ après T	B	AE10
900	$\sigma_2(\geq \sigma_1)$	σ après T	B	AE2

Tableau 4.1 – *Campagne expérimentale envisagée pour la validation du modèle de comportement.*

Tous ces essais devraient être suivis d'une analyse post-mortem des éprouvettes afin d'identifier expérimentalement le(s) mode(s) d'endommagement mis en jeu dans chacun des essais. Cette campagne est prévue à 900°C, i.e. au milieu de l'intervalle de température où les différences de comportement des deux nuances A et B sont les plus importantes. Le premier essai correspond à un essai de recalage sur la nuance A analogue à celui déjà mené sur la nuance B et décrit dans ce chapitre. Les deux autres essais sur éprouvettes cylindriques permettront de compléter avec des essais réalisés avec une histoire de chargement "non standard" la base de données unidimensionnelles déjà disponible. Les essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées

associés à des analyses par éléments finis (cf. Chapitre 3) sont prévus pour valider la forme des lois d'endommagement proposées.

D'autres essais pourraient être envisagés, par exemple à 800°C sur la nuance B après surchauffe à 1100°C afin de vérifier que les impuretés dissoutes pendant la surchauffe n'ont pas encore reprécipité pendant le refroidissement et donc que le mécanisme d'endommagement inerganulaire n'est pas encore actif.

Enfin, cet outil pourrait bien sûr être utilisé pour caractériser le comportement et l'endommagement d'autres nuances de 16MND5 et tenter d'étendre à l'ensemble de la famille des nuances d'acier 16MND5 la carte de mécanismes d'endommagement proposée en fin du Chapitre 2 de ce mémoire.

Il est par ailleurs rappelé qu'une fois ce premier travail de validation terminé sur les nuances A et B, il devrait être poursuivi par une exploitation de la base de données déjà disponible : essais unidimensionnels et essais sur tubes réalisés dans le cadre de l'étude Rupther [Dev94] [GBM⁺99].

Chapitre 5

Une approche probabiliste de la rupture à haute température de structures en 16MND5

Sommaire

5.1	Introduction	148
5.2	Définition du caractère aléatoire de la dégradation à haute température de la famille 16MND5	149
5.3	Prise en compte d'un chargement thermo-mécanique aléatoire	151
5.3.1	Chargements thermo-mécaniques et matériaux étudiés	152
5.3.2	Calcul des probabilités de rupture des nuances A et B	152
5.4	Prise en compte d'une méconnaissance du comportement du matériau	155
5.4.1	Distributions d'énergie d'activation W et chargement thermo-mécanique étudiés	156
5.4.2	Calcul des probabilités de rupture	156
5.4.3	Cartes de rupture	160
5.5	Conclusions	162

5.1 Introduction

Cette étude se place dans le cadre général de différents travaux ayant pour but final d'analyser la tenue mécanique des cuves de réacteur à eau pressurisée en cas d'accident grave. Ce concept général d'accident grave correspond à de très nombreux scénarios différents i.e. à des évolutions très différentes des sollicitations thermo-mécaniques imposées à la structure et donc au matériau (cf. le Chapitre 1 de ce mémoire). Il est par ailleurs désormais connu que pour le même chargement thermo-mécanique, le comportement mécanique et en particulier la dégradation à très haute température (supérieure à la température d'austénitisation) du matériau constituant ces cuves peut, d'une cuve à l'autre, être très différent (cf. les Chapitres 1 et 2 de ce mémoire). Il convient enfin de noter qu'avec les outils (logiciels éléments finis et ordinateurs) actuellement disponibles l'analyse complète par la méthode des éléments finis de la ruine d'une cuve en conditions accidentelles requiert une vingtaine d'heures de calcul (cf. le Chapitre 3 de ce mémoire). En résumé, envisager une analyse stochastique de la ruine en conditions accidentelles du parc français des cuves de réacteur à eau pressurisée pose deux problèmes différents que nous proposons de découpler de la manière suivante : d'une part, la prise en compte des aléas liés au chargement thermo-mécanique lors de l'analyse de la ruine d'une cuve donnée -avec un champ de propriétés matériau supposées connues et non aléatoires-, d'autre part la prise en compte des aléas liés au comportement du matériau.

Le premier problème, i.e. la prise en compte des aléas liés au chargement thermo-mécanique lors de l'analyse de la ruine d'une cuve donnée, fait l'objet du troisième paragraphe de ce chapitre. Une procédure est proposée pour déduire la probabilité de ruine d'une structure à partir de la description statistique du chargement thermo-mécanique qui lui est imposé. Pour une structure donnée, cette première étape implique de réaliser toute une série de calculs de la structure, chaque calcul correspondant à un cas de chargement obtenu par tirage aléatoire (cf. Figure 5.1). L'application de cette procédure à l'analyse d'une cuve complète devrait permettre d'évaluer la probabilité de différents modes de ruine et donc de rupture locale en différents points critiques de la structure soumis à différents chargements thermo-mécaniques. Il convient de noter que ces points critiques peuvent être situés dans des zones de la structure sièges d'instabilités géométriques (striction) dont la modélisation n'a pas été envisagée dans le cadre de cette étude. Compte tenu des délais, cette procédure n'a pas été conduite sur une structure complète mais est illustrée par l'analyse probabiliste de la tenue en fluage après surchauffe d'éprouvettes de type élément de volume en situation homogène.

La procédure décrite ci-dessus suppose que les propriétés du matériau constituant la structure sont connues et non aléatoires. Le(s) chargement(s) thermo-mécanique(s) local(aux) au(x)quel(s) est(sont) soumis le(s) point(s) critique(s) de la structure étant identifié(s), le second problème consiste à prendre en compte une certaine méconnaissance des propriétés du matériau ; ceci fait l'objet du quatrième paragraphe de ce chapitre. Une procédure est proposée pour déduire la probabilité de rupture en un point critique donné -soumis à un chargement thermo-mécanique supposé connu et sans aléa- de la description statistique du comportement du matériau.

Cette procédure est illustrée par l'analyse probabiliste de la rupture d'un volume élémentaire soumis à un chargement de fluage, le caractère aléatoire du comportement du matériau étant supposé induit seulement par le mécanisme de croissance du grain austénitique (cf. le Chapitre 2 de ce mémoire ainsi que le deuxième paragraphe de ce chapitre). Il convient de noter que l'application de l'approche découplée proposée ci-dessus -prise en compte séquentielle d'un aléa sur le chargement puis d'un aléa sur les propriétés du matériau- n'est valable que lorsque le(s) mode(s) de ruine de la structure -et donc le(s) chargement(s) critique(s) au(x) point(s) critique(s)- est(sont) invariant(s) par rapport à la dispersion des propriétés du matériau. Cette hypothèse de découplage doit donc être vérifiée a posteriori et, en cas d'échec, une approche itérative mettant en oeuvre les deux étapes déjà décrites doit être mise en place. Dans ce cas il peut être envisagé de remplacer le concept de point(s) critique(s) par celui de sous-structure(s) critique(s). Cette approche est résumée dans le cas général en Figure 5.1.

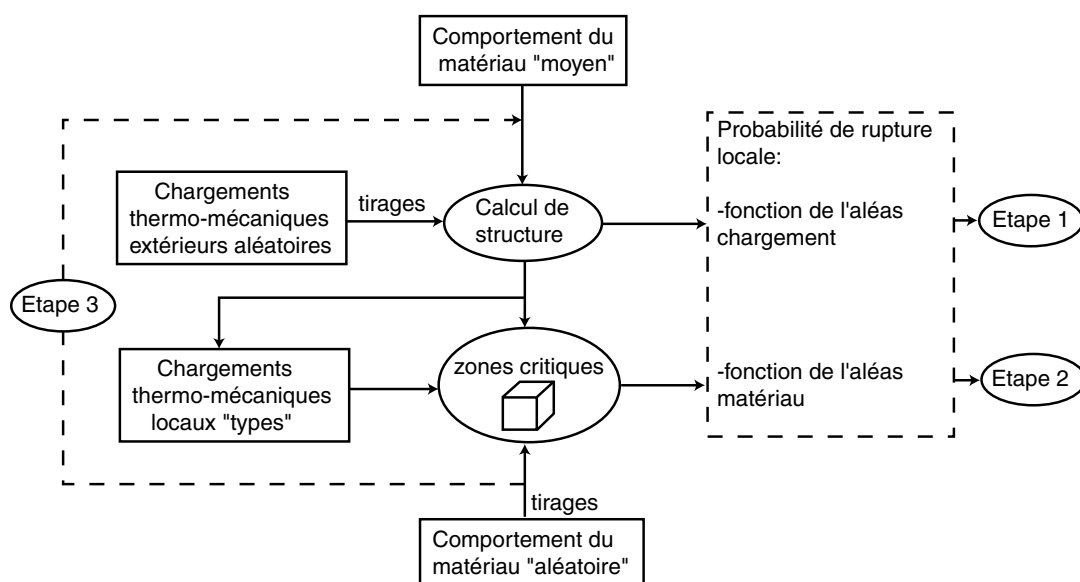


Figure 5.1 – *Prise en compte de deux sources d'aléa.*

5.2 Définition du caractère aléatoire de la dégradation à haute température de la famille 16MND5

Dans les Chapitres 2 et 3 de ce mémoire, nous avons établi que les différences de comportement et d'endommagement à haute température de deux nuances de matériau 16MND5 étaient corrélées à des cinétiques de grossissement du grain austénitique différentes. En l'absence d'autres investigations sur d'autres nuances, nous proposons donc de modéliser la dégradation à haute température aléatoire de la famille 16MND5 en considérant aléatoire la cinétique de grossissement du grain austénitique et déterministes les lois de comportement et d'endommagement ainsi que leurs couplages avec la cinétique de grossissement du grain austénitique. Plus

précisément, nous proposons de décrire le caractère aléatoire de la cinétique de grossissement du grain austénitique -et donc du comportement et de l'endommagement- de cette famille de matériau par une seule variable aléatoire: l'énergie d'activation W de la taille de grain limite.

Nous rappelons ci-après la loi d'évolution, en fonction de la température T et du temps t , de la taille d_g du grain austénitique proposée et identifiée dans le Chapitre 2 de ce mémoire :

$$\dot{d}_g = b(T(t)) \langle d_g^{lim}(T(t)) - d_g \rangle \quad (5.1)$$

avec

$$b(T) = b_0 \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (5.2)$$

et

$$d_g^{lim}(T) = d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W}{RT}\right) \quad (5.3)$$

Il apparaît que les différences entre les croissances des grains austénitiques observées sur les deux nuances de 16MND5 étudiées dans le cadre de cette étude peuvent être modélisées par la seule énergie d'activation W de la taille de grain limite d_g^{lim} , les autres paramètres (b_0 , Q et d_{g0}^{lim}) pouvant en première approximation être identifiés identiques pour les deux nuances. L'effet de différentes valeurs de W sur l'évolution en fonction de la température de la taille limite des grains est illustré par la Figure 5.2.

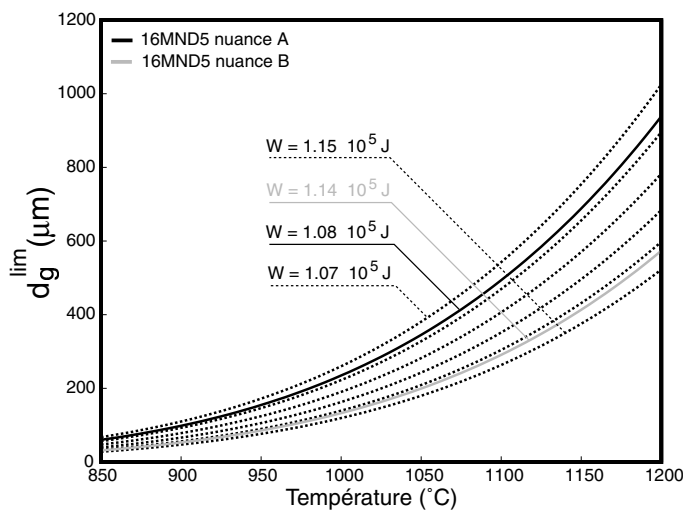


Figure 5.2 – Effet de l'énergie W sur la taille de grain limite.

Nous proposons donc de décrire le caractère aléatoire de la microstructure de la famille 16MND5 à haute température -définie par la taille courante d_g et la taille limite d_g^{lim} des grains austénitiques- par une fonction de distribution de l'énergie d'activation W . En revanche, nous proposons de considérer que le caractère aléatoire du comportement et de l'endommagement du matériau n'est que la conséquence indirecte de l'évolution aléatoire de la microstructure. Autrement dit, nous proposons de considérer constants, quelle que soit la nuance considérée, les lois et paramètres

qui permettent de modéliser le comportement et l'endommagement du matériau ainsi que leurs couplages avec la microstructure.

Nous rappelons donc ci-après l'ensemble des équations proposées et identifiées dans le Chapitre 3 de ce mémoire et utilisées dans les paragraphes suivants en unidimensionnel :

Lois d'évolution de la taille de grain austénitique

$$\dot{d}_g = b(T) \cdot \langle d_g^{lim} - d_g \rangle \quad (5.4)$$

avec

$$d_g^{lim} = d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W}{RT_{maxi}}\right) \text{ et } b(T) = b_0 \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (5.5)$$

Partition de la vitesse de déformation

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^{elas} + \dot{\epsilon}^{vp} \quad (5.6)$$

Loi d'évolution de la déformation élastique

$$\dot{\epsilon}^{elas} = \frac{d\left(\frac{\sigma(1+\epsilon)}{E}\right)}{dt} \quad (5.7)$$

Loi d'évolution de la déformation plastique

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \dot{\gamma} \sqrt{\frac{1 + \nu(1 - D_c)}{(1 + \nu)(1 - D_d)(1 - D_c)}} \quad (5.8)$$

$$\dot{\gamma} = \left(\frac{\sigma(1 + \epsilon) \sqrt{\frac{1 + \nu(1 - D_c)}{(1 + \nu)(1 - D_d)(1 - D_c)}} - (R_\infty (1 - e^{-br}) + \sigma_Y) \left(k_1 + \frac{k_2}{(d_g)^\alpha} \right)}{K} \right)^n \quad (5.9)$$

Lois d'évolution des endommagements ductile et de fluage

$$\dot{D}_d = \left(\frac{(\sigma(1 + \epsilon))^2}{2E(1 - D_c)(1 - D_d)^2 S_d} \right)^{s_d} \dot{\gamma} H(p - p_d) \quad (5.10)$$

$$\dot{D}_c = \left(\frac{(\sigma(1 + \epsilon))^2}{2E(1 - D_d)(1 - D_c)^2 S_c (d_g^{lim})} \right)^{s_c} \quad (5.11)$$

où il est rappelé (cf. Chapitre 3) que $\sigma(1 + \epsilon)$ représente la contrainte vraie -tenant compte de la réduction de section- et que le paramètre W est le seul paramètre à caractère aléatoire.

5.3 Prise en compte d'un chargement thermo-mécanique aléatoire

Nous proposons dans ce paragraphe une procédure qui permet, lors d'une analyse de structure, de prendre en compte les aléas liés au chargement thermo-mécanique -les propriétés du matériau constituant la structure étant supposées connues et sans aléa-. La procédure proposée est utilisée ci-après pour analyser la rupture d'éprouvettes unidimensionnelles soumises à un chargement de fluage après un chargement thermique aléatoire, plus précisément une surchauffe d'amplitude aléatoire. Ceci est résumé en Figure 5.3.

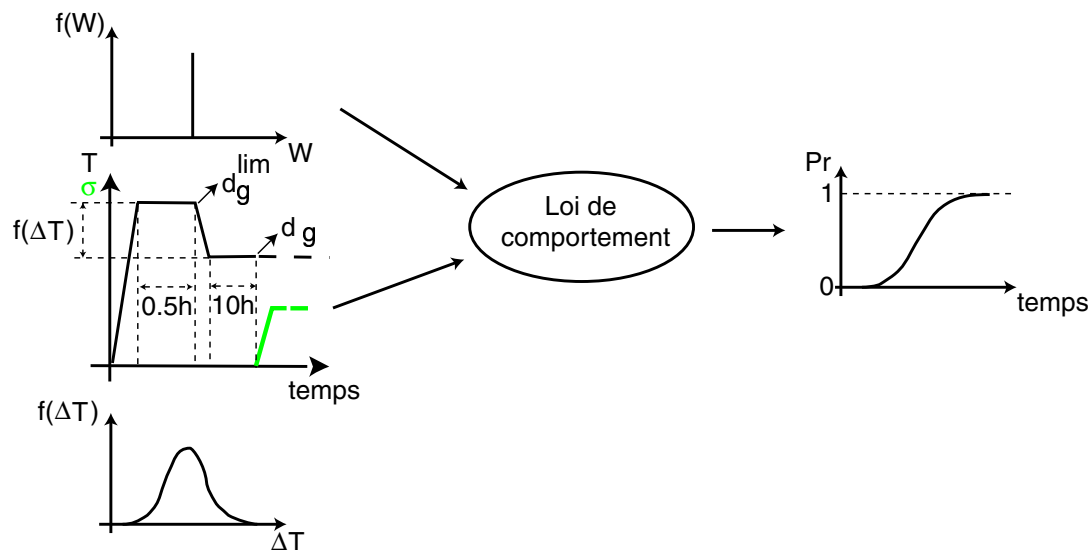


Figure 5.3 – Prise en compte d'un chargement thermo-mécanique aléatoire.

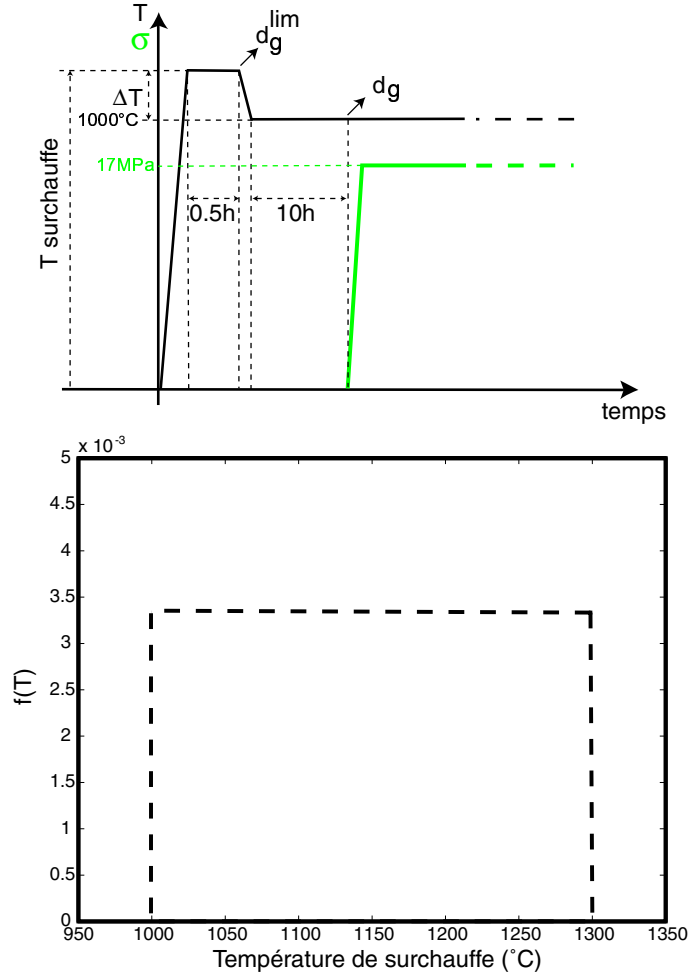
5.3.1 Chargements thermo-mécaniques et matériaux étudiés

Le chargement thermique considéré correspond à une surchauffe d'amplitude aléatoire maintenue pendant une durée constante de 30 minutes suivie d'un refroidissement et d'un maintien à une température de 1000°C. Le chargement mécanique considéré correspond à un essai de type fluage -à effort constant- appliqué après 10 heures de maintien à 1000°C. On remarque que ces conditions de chargement font partie du domaine de validité de la loi de comportement identifiée pour les nuances A et B de 16MND5 étudiées. Ce problème thermo-mécanique unidimensionnel très simple peut être rapproché de l'idéalisation du scénario suivant : la cuve est soumise à une surchauffe plus ou moins importante avant une intervention (interdite avant 30 minutes) qui conduit à une stabilisation de la température, le chargement mécanique restant approximativement constant. La distribution de la température de surchauffe est par ailleurs supposée uniforme entre 1000 et 1300°C. Cette famille de chargement thermo-mécanique est illustrée en Figure 5.4.

Pour les calculs présentés ci-après, le matériau est supposé connu et sans aléa, l'énergie d'activation W de la taille de grain austénitique limite est donc fixée, mais nous considérons deux cas correspondant aux valeurs de W respectivement identifiées pour les nuances A et B.

5.3.2 Calcul des probabilités de rupture des nuances A et B

Le chargement thermique considéré peut conduire à deux situations différentes, selon que la taille de grain atteinte à la fin de la surchauffe est supérieure ou inférieure à la taille de grain limite à 1000°C : dans le premier cas elle n'évolue plus après refroidissement à 1000°C ; dans le deuxième cas elle évolue inévitablement après


 Figure 5.4 – *Chargement thermo-mécanique aléatoire considéré.*

refroidissement à 1000°C jusqu'à la taille de grain limite à 1000°C. Autrement dit

$$d_g = \text{Sup} (d_g^{lim}(T), d_g^{lim}(T_{\text{surchauffe}})) \quad (5.12)$$

avec

$$d_g^{lim}(T) = d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W_{A \text{ ou } B}}{RT}\right) \quad (5.13)$$

et

$$d_g^{lim}(T_{\text{surchauffe}}) = d_{g0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W_{A \text{ ou } B}}{RT_{\text{surchauffe}}}\right) \quad (5.14)$$

Pour un chargement thermo-mécanique donné (et un matériau -A ou B- donné), le temps à rupture t_r est en première approximation défini par le temps à partir duquel au moins un des deux endommagements D_c ou D_d atteint une valeur critique proche de 1 (0.98).

Cependant, le temps à rupture n'est pas une fonction monotone -croissante ou décroissante- de la température de surchauffe. Ainsi, pour calculer la distribution de temps à rupture et la probabilité de rupture associées à la distribution de température de surchauffe (pour un matériau -A ou B- donné), nous employons une méthode

de Monte-Carlo. Dans un premier temps, N (typiquement 1000) tirages aléatoires sur la distribution uniforme de $T_{surchauffe}$ permettent de construire un histogramme de N valeurs $T_{surchauffe}$ et de calculer les N temps à rupture correspondants -par intégration numérique de la loi de comportement décrite par les équations 5.6 à 5.11-. Cette intégration numérique est réalisée par la méthode de Runge-Kutta au quatrième ordre à l'aide de la fonction préprogrammée *ode45* de Matlab [Mat]. Dans un deuxième temps, les N temps à rupture t_{ri} ainsi calculés sont classés par ordre croissant

$$t_{r1} \leq t_{r2} \leq \dots \leq t_{ri} \leq \dots \leq t_{rN-1} \leq t_{rN} \quad (5.15)$$

et pour chaque temps t_{ri} , la probabilité de rupture P_{ri} est estimée par

$$P_{ri} = \frac{i - 0.5}{N} \quad (5.16)$$

Les histogrammes des temps à rupture ainsi obtenus pour les deux matériaux sont donnés en Figure 5.5 et les probabilités de rupture en Figure 5.6.

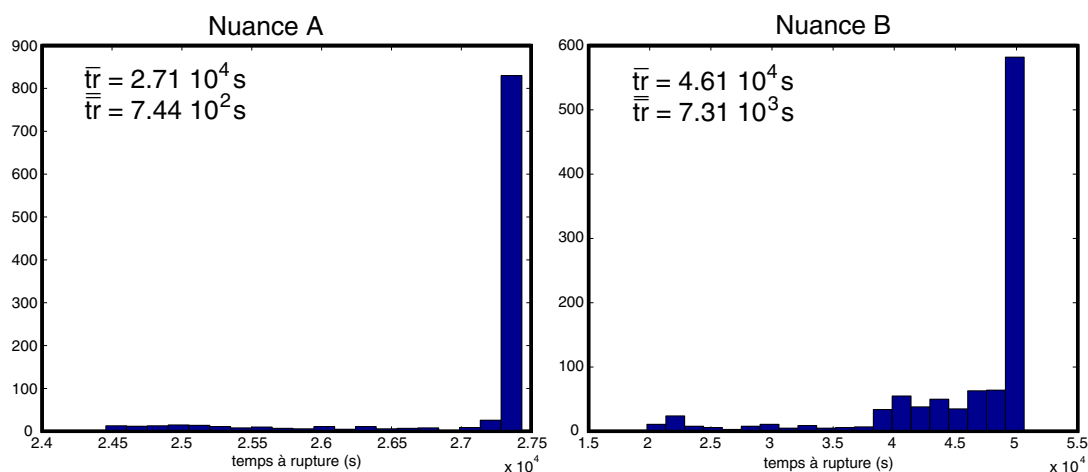


Figure 5.5 – Histogrammes des temps à rupture.

Nous constatons qu'en cas de surchauffe, la probabilité de rupture de la nuance A est plus importante que celle de la nuance B. La moyenne et l'écart-type des temps à rupture pour la nuance B sont bien plus importants que ceux de la nuance A (temps à rupture multiplié par un facteur de l'ordre de deux). Ceci s'explique par le fait que la moindre surchauffe a un effet bénéfique sur le temps à rupture de la nuance B -dont le plus petit temps à rupture est obtenu pour le cas où il n'y a pas de surchauffe- alors que la surchauffe a un effet beaucoup moins important mais plutôt néfaste sur le temps à rupture de la nuance A.

Par ailleurs, pour la nuance B, une température de surchauffe optimale, garantissant un temps à rupture maximal, peut être définie. Numériquement, on obtient:

$$T_{optiNuance\ B} = 1229^{\circ}\text{C} \quad (5.17)$$

Replacés dans le contexte de la problématique de la gestion des risques lors d'un accident grave, ces résultats montrent l'intérêt de mieux connaître le comportement à haute température de la famille des matériaux 16MND5.

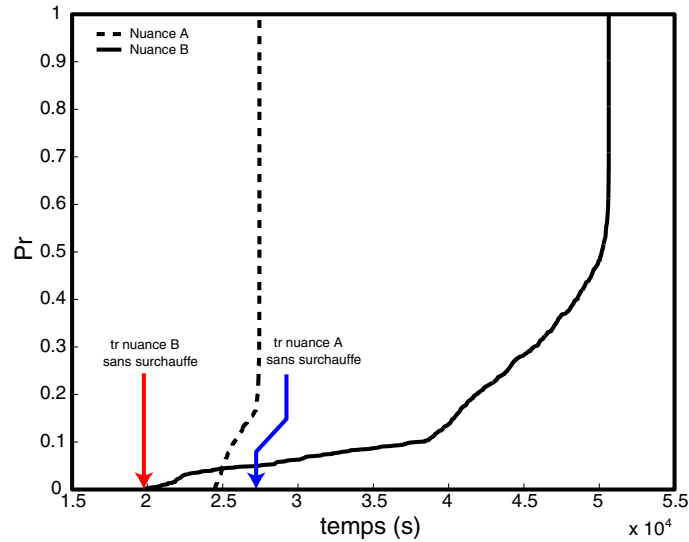


Figure 5.6 – Probabilités de rupture calculées pour les nuances A et B.

5.4 Prise en compte d'une méconnaissance du comportement du matériau

Nous proposons de représenter le comportement à haute température non unique de la famille des matériaux 16MND5 en considérant une distribution d'énergie d'activation W de la taille de grain austénitique limite. Par ailleurs, nous proposons dans ce paragraphe une procédure permettant de déduire de cette description statistique du comportement du matériau la probabilité de rupture d'un élément de volume soumis à un chargement thermo-mécanique supposé connu et sans aléa. La procédure proposée est illustrée ci-après par l'analyse d'un essai de fluage. Ceci est résumé en Figure 5.7.

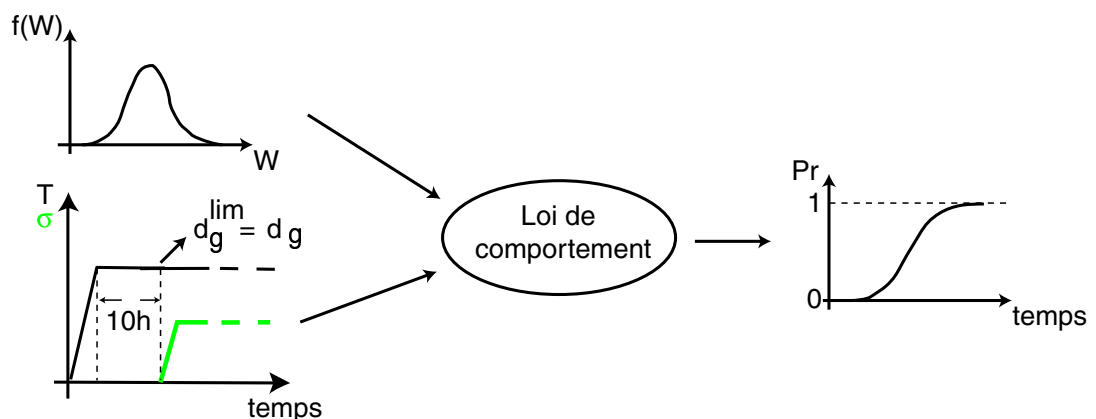


Figure 5.7 – Prise en compte des propriétés aléatoires du matériau.

5.4.1 Distributions d'énergie d'activation W et chargement thermo-mécanique étudiés

L'énergie d'activation W de la taille de grain austénitique limite de la famille d'aciers 16MND5 n'a pu être identifiée que pour les nuances A et B. En l'absence d'informations sur d'autres nuances, nous proposons deux fonctions de distribution volontairement simples, viz. en triangle et uniforme, avec des minima W_{min} et maxima W_{max} identiques. Ces deux distributions sont représentées en Figure 5.8.

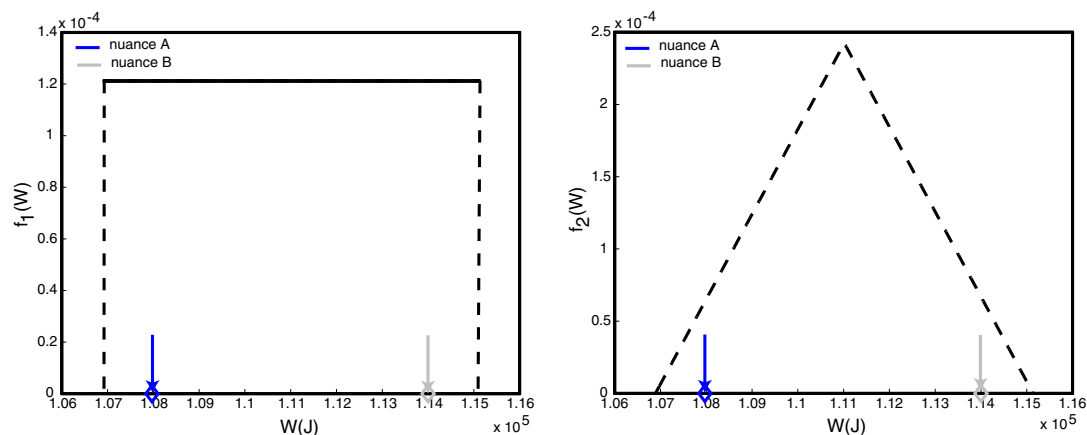


Figure 5.8 – Les deux fonctions de distribution de l'énergie d'activation W considérées.

Pour les calculs présentés ci-après, nous considérons le chargement thermomécanique correspondant aux essais de fluage qui ont permis d'identifier le comportement et l'endommagement des deux nuances A et B (cf. Chapitre 3). Ce chargement est donné en Figure 5.9.

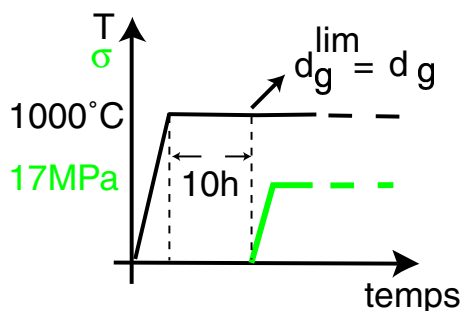


Figure 5.9 – Chargement thermo-mécanique considéré.

5.4.2 Calcul des probabilités de rupture

Le chargement thermo-mécanique considéré, et plus précisément le temps de maintien de 10 heures à 1000°C, permet de faire l'hypothèse que, pendant l'application du chargement mécanique, la taille du grain austénitique est égale à la taille

de grain limite à 1000°C, soit

$$d_g = d_g^{lim}(T) = d_{g_0}^{lim} \cdot \exp\left(\frac{-W}{RT}\right) \text{ avec } T = 1273.15K \quad (5.18)$$

Pour une valeur de W donnée (et un chargement thermo-mécanique donné), le temps à rupture t_r est en première approximation défini par le temps à partir duquel au moins un des deux endommagements D_c ou D_d atteint une valeur critique proche de 1 (0.98).

La méthode de calcul des probabilités de rupture pour les deux distributions d'énergie d'activation W envisagées est similaire à la méthode de Monte-Carlo employée au paragraphe précédent. Cependant, le temps à rupture n'étant pas une fonction monotone -croissante ou décroissante- de l'énergie d'activation W , pour obtenir une distribution de temps à rupture à partir d'une distribution d'énergie d'activation W donnée quelconque, i.e. à partir de N (typiquement 1000) tirages de W sur cette distribution, il faut utiliser une quantité intermédiaire, i.e. la probabilité cumulée de W notée $P_c(W)$ et définie par

$$P_c(W) = \int_0^W f(u) du \quad (5.19)$$

Dans le paragraphe précédent, l'utilisation de la probabilité cumulée n'était pas nécessaire car la distribution de $T_{\text{surchauffe}}$ était uniforme. Ici, une des deux distributions choisies n'étant pas uniforme, nous faisons N tirages aléatoires sur la probabilité cumulée $P_c(W)$ pour rendre compte de la distribution de W choisie. La probabilité cumulée associée à chacune des deux distributions choisies est illustrée en Figure 5.10.

5. Une approche probabiliste de la rupture à haute température de structures en 16MND5

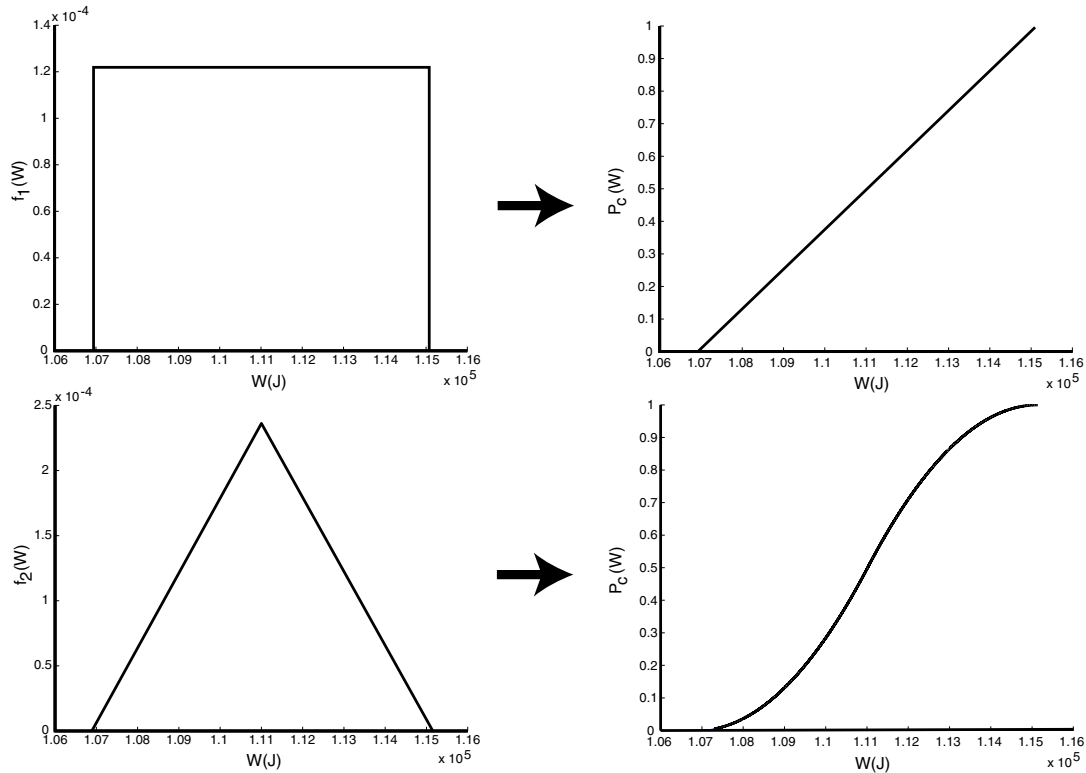


Figure 5.10 – Probabilités cumulées des distributions choisies.

Concrètement, dans un premier temps nous déduisons de N tirages aléatoires sur les probabilités cumulées $P_c(W)$ les valeurs de W correspondantes. Les histogrammes de W ainsi obtenus pour environ 1000 tirages sont donnés en Figure 5.11.

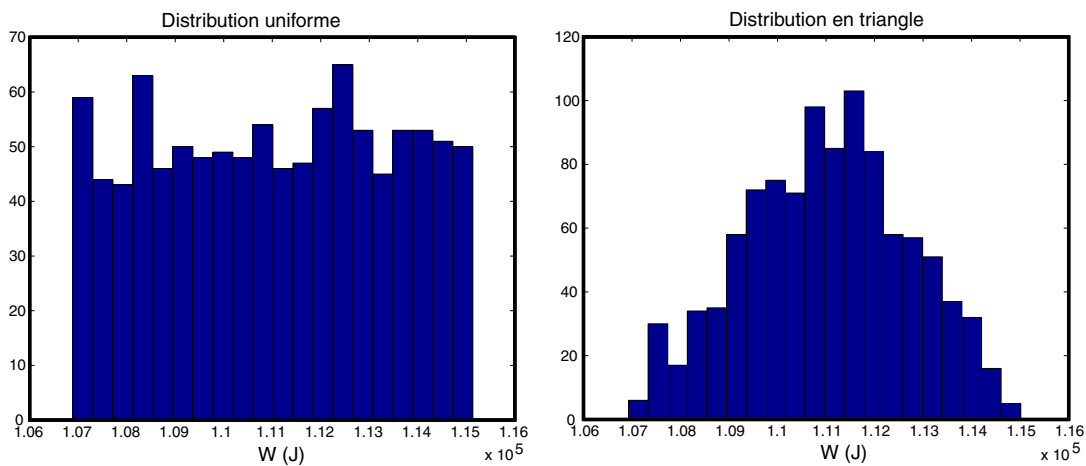


Figure 5.11 – Histogrammes des distributions de W calculées.

Dans un deuxième temps, nous déduisons des N valeurs de W ainsi obtenues N temps à rupture -par intégration numérique de la loi de comportement décrite par les équations 5.6 à 5.11-. Cette intégration numérique est réalisée la même façon que

dans le paragraphe précédent. Les histogrammes des temps à rupture ainsi obtenus pour chaque distribution sont représentés en Figure 5.12.

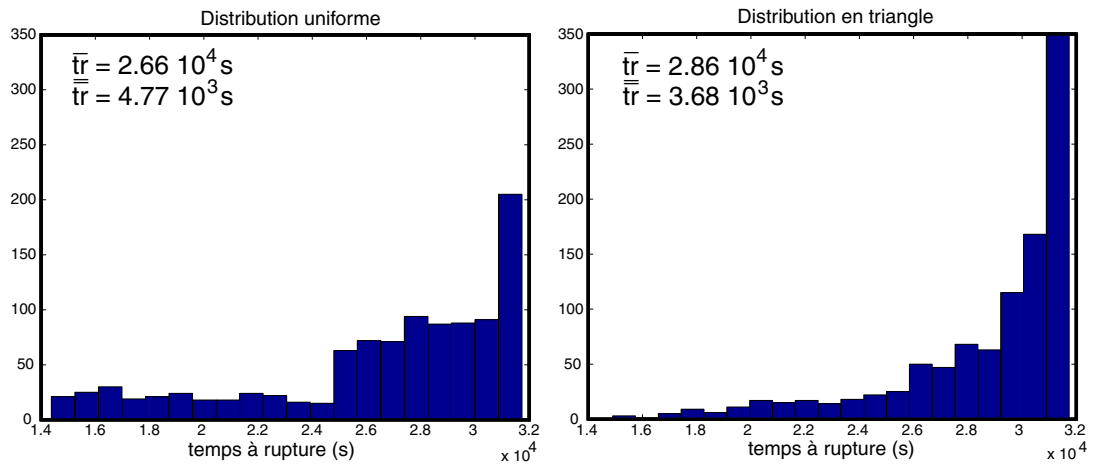


Figure 5.12 – Histogrammes des temps à rupture.

Enfin, les N temps à rupture t_{r_i} sont classés par ordre croissant

$$t_{r_1} \leq t_{r_2} \leq \dots \leq t_{r_i} \leq \dots \leq t_{r_{N-1}} \leq t_{r_N} \quad (5.20)$$

et pour chaque temps t_{r_i} , la probabilité de rupture P_{r_i} est estimée par

$$P_{r_i} = \frac{i - 0.5}{N} \quad (5.21)$$

Les probabilités de rupture ainsi calculées sont données en Figure 5.13.

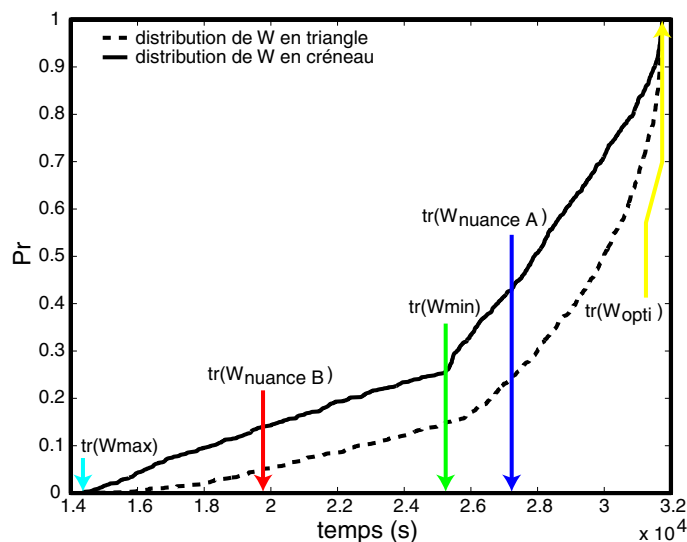


Figure 5.13 – Probabilités de rupture.

Les probabilités de rupture obtenues pour les deux lois de distribution de l'énergie d'activation W considérées apparaissent légèrement différentes. Le caractère non

monotone de la relation entre l'énergie W et le temps à rupture t_r est clairement mis en évidence. La valeur la plus élevée W_{maxi} de l'énergie d'activation W de la taille de grain limite -et donc la taille de grain la plus petite- correspond au plus petit temps à rupture alors que la valeur la plus faible W_{mini} -et donc la taille de grain la plus grande- correspond à un temps à rupture t_r bien plus petit que le plus grand temps à rupture. Pour un chargement donné il existe donc une valeur optimale W_{opti} de cette énergie d'activation (avec $W_{min} < W_{opti} < W_{maxi}$) qui conduit au temps à rupture le plus grand.

Ce phénomène est une conséquence des effets sur le comportement et l'endommagement de la taille de grain et de la taille de grain limite, plus précisément des deux phénomènes opposés suivants : lorsque D_c est prépondérant, si d_g^{lim} augmente alors le paramètre S_c augmente ce qui entraîne une augmentation du temps à rupture ; a contrario, lorsque D_d est prépondérant, si d_g augmente alors l'écroutissage diminue entraînant une augmentation de la vitesse de déformation et une baisse du temps à rupture. Numériquement, pour ce chargement, la valeur optimale W_{opti} correspond à un temps à rupture de $3.17 \cdot 10^2 s$ et est identifiée égale à $W_{opti} = 1.108 \cdot 10^5 J$. Cette valeur apparaît comprise entre les valeurs identifiées pour les nuances A et B.

5.4.3 Cartes de rupture

Sachant que la fonction de distribution de l'énergie d'activation W de la taille de grain limite n'est pas connue avec précision, il est intéressant d'étudier l'influence des paramètres définissant cette distribution sur les moyennes et écart-types des temps à rupture, respectivement notés \bar{t}_r et $\overline{\overline{t}_r}$. Pour définir les deux fonctions de distribution simples choisies (uniforme et triangulaire) les paramètres suffisants sont W_{min} et W_{maxi} . Pour cette étude paramétrique, nous avons choisi les plages de variation suivantes :

$$W_{min} = 1.06 \cdot 10^5 J \text{ à } 1.09 \cdot 10^5 J \text{ par pas de } 300 J \quad (5.22)$$

$$W_{maxi} = 1.11 \cdot 10^5 J \text{ à } 1.17 \cdot 10^5 J \text{ par pas de } 300 J \quad (5.23)$$

Ces plages de variation ont été choisies de manière arbitraire mais de telle manière que la condition $W_{min} < W_{opti} < W_{maxi}$ soit toujours respectée et donc que le temps à rupture maximal soit toujours le même. Par ailleurs, le temps à rupture le plus petit étant déterminé par la valeur W_{maxi} nous avons choisi de faire varier ce paramètre sur une plage plus importante que celle choisie pour la valeur W_{mini} . Toutes les combinaisons (soit 231 cas) ont été exploitées pour chacune des deux distributions triangulaire et uniforme de W , et les résultats obtenus sont présentés sous forme de cartes des isovaleurs des moyennes des temps à rupture et des écart-types des temps à rupture en Figures 5.14 et 5.15.

L'allure générale de ces cartes de rupture pour les deux distributions envisagées varie peu. Par ailleurs, il est confirmé que la valeur de W_{maxi} déterminant l'étendue de la distribution des temps à rupture, c'est bien ce paramètre qui a le plus d'influence sur \bar{t}_r et $\overline{\overline{t}_r}$. Enfin, nous remarquons que pour les valeurs de W_{maxi} les plus faibles et pour les valeurs de W_{min} les plus élevées, les moyennes de temps à rupture sont les plus importantes et les écart-types de temps à rupture les plus faibles. Ceci s'explique par le fait que dans ces conditions, la distribution de W se resserre autour de W_{opti}

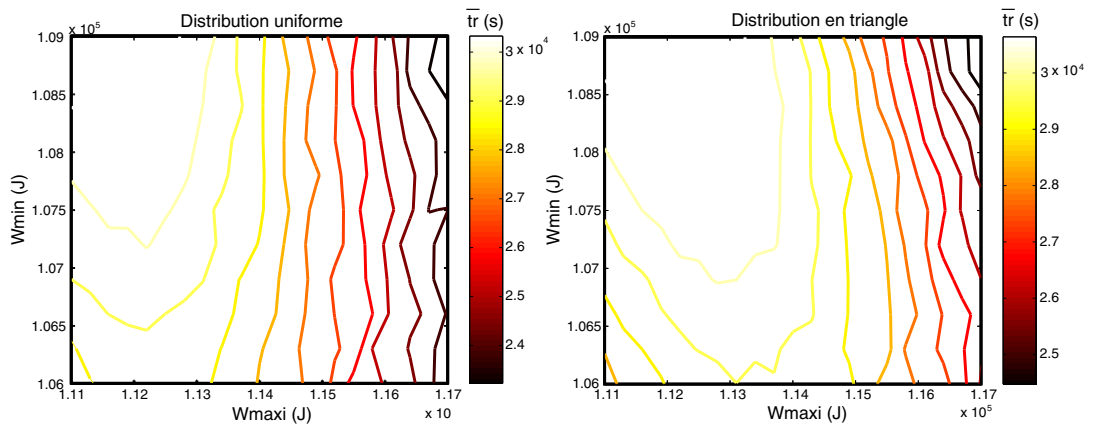


Figure 5.14 – Cartes des isovaleurs des moyennes de temps à rupture en fonction des paramètres de la loi de distribution de W .

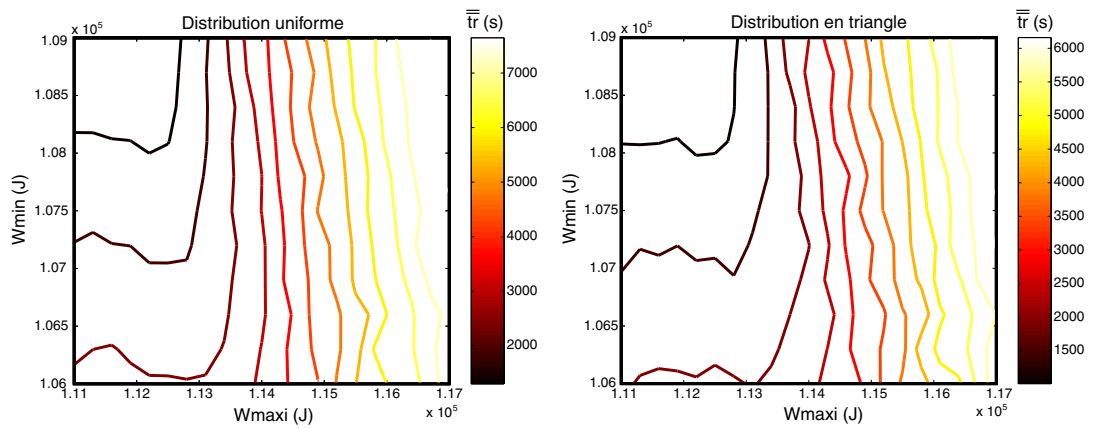


Figure 5.15 – Cartes des isovaleurs d'écart-types de temps à rupture en fonction des paramètres de la loi de distribution de W .

et l'histogramme des temps à rupture calculé tend vers le temps à rupture maximum (calculé pour $W = W_{opti}$).

5.5 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons proposé une démarche générale permettant d'envisager une analyse stochastique de la ruine de structures soumises à un chargement thermo-mécanique extrême. L'approche proposée a pour but de prendre en compte à la fois le caractère aléatoire du chargement thermo-mécanique et une certaine méconnaissance des propriétés du matériau donc le caractère aléatoire de ces propriétés.

Cette démarche, scindée en deux étapes, est schématisée en Figure 5.1. L'application de cette approche de type Monte-Carlo à une structure tridimensionnelle soumise à des chargements complexes, e.g. une cuve de réacteur à eau pressurisée en cas d'accident grave, ne pose a priori pas de problèmes fondamentaux. Il convient cependant de rappeler que la simulation de la ruine complète de la cuve requiert la maîtrise des problèmes numériques liés aux instabilités géométriques et à l'érosion de la zone complètement endommagée. Proposer des scénarios et réaliser de multiples analyses de la structure complète soumise aux chargements correspondants -avec prise en compte de ces phénomènes- était hors de la portée de ce travail. Nous nous sommes donc attachés à illustrer la faisabilité de la mise en oeuvre de la démarche en analysant quelques essais de fluage en unidimensionnel.

Pour les cas traités, l'aléa sur le chargement a été défini par une distribution de température de surchauffe avant l'application d'un chargement de fluage -ce qui a permis d'illustrer la forte variabilité de la réponse de la structure selon la nuance de matériau envisagée-. L'application de la démarche à d'autres chargements plus ou moins complexes ne pose a priori aucune difficulté supplémentaire, tant qu'ils restent dans le domaine de validité des lois de comportement et d'endommagement utilisées, i.e. dans le domaine austénitique.

Suite aux conclusions du travail présenté dans le Chapitre 2 de ce mémoire, l'aléa sur les propriétés à haute température du matériau 16MND5 a été défini en terme de distribution d'un seul paramètre: l'énergie d'activation W de la taille de grain austénitique limite. Les deux valeurs de W identifiées sur les nuances A et B étudiées dans le cadre de ces travaux ne permettent pas d'avoir une idée réaliste de la distribution de W caractérisant l'ensemble de la famille des aciers 16MND5 utilisés pour fabriquer les cuves du parc français de REP. Il convient cependant de préciser qu'affiner cette connaissance ne requiert que quelques traitements thermiques et observations à réaliser sur d'autres nuances et que la démarche proposée peut bien sûr être appliquée sans difficulté supplémentaire à toute fonction de distribution -autre que les deux fonctions simples utilisées dans ce chapitre-. En revanche, il serait nécessaire de réaliser quelques essais thermomécaniques bien choisis pour vérifier la validité des hypothèses faites au Chapitre 2 pour l'ensemble de la famille des aciers 16MND5. En attendant ces informations, les cartes de rupture présentées dans ce chapitre peuvent être utilisées comme des outils d'évaluation de l'influence des paramètres des lois de distribution choisies sur les moyennes et écart-types des temps à rupture.

Conclusions et perspectives

La simulation de la dégradation des cuves des réacteurs à eau pressurisée des centrales nucléaires en conditions accidentelles constitue un vaste problème étudié par de nombreuses équipes de recherche. Notre contribution a porté sur plusieurs points.

Nous avons proposé une démarche générale permettant de calculer les probabilités de rupture d'une structure soumise à un chargement thermo-mécanique extrême. L'approche proposée a pour but de prendre en compte à la fois le caractère aléatoire du chargement thermo-mécanique et une certaine méconnaissance des propriétés du matériau et donc le caractère aléatoire de certaines de ces propriétés. C'est sur ce dernier point que nous avons le plus travaillé avec la perspective de modéliser le comportement et l'endommagement de différentes nuances d'acier 16MND5 à haute température, i.e. en phase austénitique. Nous avons proposé et identifié une loi de comportement élasto-viscoplastique couplée à deux mécanismes d'endommagement et deux variables caractérisant l'état microstructural. Le premier mécanisme d'endommagement est isotrope intragranulaire ductile D_d et le second anisotrope intergranulaire de fluage D_c . Les deux variables caractérisant l'état microstructural sont la taille de grain courante d_g et la taille de grain limite d_g^{lim} , cette dernière variable étant un indicateur de la présence éventuelle d'impuretés qui contrôlent à la fois l'endommagement intergranulaire et la croissance de grain. Ce modèle permet de reproduire les différences de comportement et de mécanismes d'endommagement observés dans le domaine austénitique selon la nuance d'acier 16MND5 et selon l'histoire du chargement thermique subi par le matériau.

Ce modèle de comportement a été développé à partir de constatations faites à l'échelle macroscopique lors d'essais de fluage et de traction et à partir d'une étude métallurgique qui nous a permis de dresser une carte des mécanismes d'endommagement de deux nuances d'acier 16MND5. Nous avons ainsi montré que les différences de comportement et d'endommagement peuvent être expliquées par des cinétiques, différentes selon la nuance d'acier 16MND5, de la croissance de la taille des grains austénitiques. Sur deux nuances de 16MND5, nous avons proposé et identifié une loi phénoménologique de croissance des grains à quatre paramètres où un seul des paramètres, l'énergie d'activation W des tailles de grain limite, permet de différencier les cinétiques de croissance. De plus, nous avons proposé une stratégie d'identification de la loi de comportement mécanique, en adéquation avec les observations métallurgiques des différentes cinétiques de croissance de grains austénitiques et avec la base de données expérimentales disponible. Au final, un seul paramètre de microstructure, l'énergie d'activation de la taille de grain limite W , permet de rendre compte des différences de comportement et de mécanismes d'endommagement se-

lon la nuance d'acier 16MND5 et le traitement thermique qu'il subit. Une fois ce paramètre identifié, nous avons proposé de rendre compte d'un aléa sur le comportement du matériau en rendant ce paramètre aléatoire, ce qui permet de calculer des probabilités de rupture associées à la dispersion des valeurs de ce paramètre.

Ce modèle de comportement a été en partie implanté dans le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M du CEA, la loi d'évolution de la taille de grain restant à implanter. Différentes simulations du comportement d'une structure et d'éprouvettes axisymétriques entaillées nous ont permis de montrer les performances de l'implantation et ses limites. La stabilité de l'algorithme et d'éventuels phénomènes de localisation ont été étudiés. Nous avons prouvé que pour des pas de temps de taille inférieure à une certaine valeur limite, l'algorithme et les simulations sont stables. De plus, nous avons montré dans tous les cas la qualité de l'intégration numérique en chaque point de Gauss. Cependant, nous avons observé pour certains calculs, des phénomènes de localisation caractérisés par une concentration des évolutions des variables sur un ou deux éléments finis, ce qui rend la solution dépendante de la taille des éléments. Il convient cependant de noter que cette localisation n'a été observée que pour des endommagements importants supérieurs à 0.6. Par ailleurs, nous avons mis au point un montage expérimental permettant d'effectuer les essais thermo-mécaniques nécessaires pour compléter la base de données expérimentale actuellement disponible. Un seul essai a pu être réalisé dans les délais imposés par cette étude, mais nous avons prouvé la faisabilité d'essais de fluage à haute température avec une mesure locale des déformations.

Les perspectives et développements possibles de ce travail sont nombreux.

A court et moyen termes, des développements peuvent être apportés dans les différents domaines que sont la modélisation, l'identification, la simulation, la validation à partir d'essais mécaniques et métallurgiques.

Sur le plan expérimental, nous avons développé et validé un montage d'essai que nous n'avons pas encore exploité. Les éprouvettes de deux nuances de 16MND5 sont déjà usinées et attendent d'être utilisées. Il est bien entendu envisageable de réaliser immédiatement les essais de fluage à haute température prévus, pour, d'une part valider grâce aux essais sur les éprouvettes axi-symétriques entaillées la loi de comportement et la forme des lois d'endommagement, et d'autre part, valider à l'aide d'analyses post-mortem la carte des mécanismes d'endommagement établie dans le cadre de ce travail. D'autres essais sont également réalisables pour élargir la base de données existante ; il s'agit d'essais permettant de valider les hypothèses fortes faites lors de l'identification, d'accroître la connaissance du comportement lors du changement de phase et d'une manière générale lors de chargement thermo-mécaniques moins idéaux. Ce travail expérimental devrait être envisagé sur les nuances A et B déjà étudiées mais aussi sur d'autres nuances afin de valider la proposition faite dans le cadre de cette thèse qui consiste à modéliser l'ensemble de la famille des différentes nuances de 16MND5 avec un modèle de comportement thermo-mécanique unique dont un seul paramètre de microstructure dépend de la nuance. Il est à noter que ce dernier point implique essentiellement la réalisation de traitements thermiques permettant d'identifier la croissance des grains austénitiques et un nombre très limité d'essais mécaniques (et de mesures de PTE), ce qui requiert peu de matière.

Sur le plan de la modélisation, la nature modulaire du modèle de comportement choisi permet d'envisager avec confiance son extension au domaine des températures inférieures avec différents changements de phase. Dans ce domaine, nous pouvons nous appuyer sur les résultats de différents travaux dans ce domaine déjà réalisés sur le 16MND5 [Mar99] [Cor01] .

Enfin, sur le plan de la simulation et de l'implantation dans Cast3M, plusieurs perspectives peuvent être dégagées. Tout d'abord, la loi d'évolution de la taille de grain devrait être introduite dans le code afin de permettre une véritable analyse thermo-métallo-mécanique couplée, nécessaire dans le cas de chargements complexes appliqués sur une structure. Nous souhaitons également introduire dans l'implantation numérique un algorithme de pas de temps automatique garantissant la stabilité des calculs et la non dépendance des résultats au raffinement du maillage éléments finis. Pour ce travail, nous pouvons nous appuyer sur les travaux de A. Benallal [Ben04]. Cependant, le calcul d'une structure constituée d'un matériau élasto-viscoplastique endommageable conduit inévitablement à une localisation extrême de l'endommagement et des déformations. L'application de cette démarche à l'analyse de la ruine d'une structure tridimensionnelle complexe telle qu'une cuve de REP épaisse sous chargements thermiques complexes (et sous chargement de pression) exigera sans doute la mise en oeuvre de techniques numériques pragmatiques ; nous envisageons en particulier d'utiliser une procédure d'érosion des éléments finis lorsque les variables d'endommagement atteignent des valeurs critiques. Une procédure, adaptée à un cas particulier, qui existe déjà dans Cast3M [Nic02] devrait être développée. L'ensemble de cette procédure numérique devrait permettre de rendre compte des ruptures avec ou sans striction, observées non seulement sur les éprouvettes sous chargement unidimensionnel mais aussi sur les essais sur maquette.

A long terme, nous prévoyons de calculer les probabilités de rupture de cuves en conditions accidentelles, c'est à dire de réaliser N simulations numériques correspondant à N tirages aléatoires sur le chargement thermo-mécanique et/ou le matériau. En parallèle, les cartes de probabilités de rupture introduites au Chapitre 5 peuvent être immédiatement développées et exploitées pour un certain nombre de situations représentatives d'un accident grave ; cela inclut la définition de sous-structures critiques dans la cuve et surtout, la définition de chargements thermiques réalistes.

Bibliographie

- [AE82] M.F. Ashby and K.E. Easterling. A first report on diagrams for grain growth in welds. *Acta Metallurgica*, 21:149–163, 1982.
- [AGT79] M.F. Ashby, C. Gandhi, and D.M.R. Taplin. Fracture-mechanism maps and their construction for F.C.C. metals and alloys. *Acta Metallurgica*, 27:699–729, 1979.
- [BBL91] A. Benallal, R. Billardon, and J. Lemaitre. Continuum damage mechanics and local approach to fracture: Numerical procedures. *Comput. Methods Appl. Mech. and Engng.*, 92:141–145, 1991.
- [BBPB89] P. Bocquet, D. Blondeau, I. Poitraul, and J.P. Badeau. Improvement in the reliability of shells for light water reactors by manufacturing from hollow lingots. *15th MPA Seminar*, Stuttgart, Octobre 1989.
- [BC95] D. Brouard and C. Sainte Catherine. Caractérisation en traction du 16MND5 à 950 et 1250°C, réalisés à la sep de bordeaux. *rapport DMT/95-02*, 1995.
- [BCL99] L. Bedel, I. Chu, and P. Lemoine. Différences de comportement des aciers de cuve utilisés dans les programmes Rupther et Krakatoa. *Note technique DEM/99/04*, 1999.
- [BDDR97] P. Bocquet, Buisine D., and L. Dunand-Roux. Les facteurs métallurgiques de la ténacité de l'acier de cuve. *Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée*, M-2111: Matériaux:121–152, 1997.
- [Ben04] A. Benallal. Localisation de la déformation et de l'endommagement: description, difficultés associées et améliorations. *Colloque MECAMAT Aussois*, 2004.
- [Bes01] J. Besson. Eprouvettes axisymétriques entaillées. *Mécanique et Ingénierie des Matériaux - Essais mécaniques*, pages 319–351, 2001.
- [Bil89] R. Billardon. *Etude de la rupture par la mécanique de l'endommagement*. Thèse de doctorat d'état, Université Pierre et Marie Curie, 1989.
- [Bil03] N. Bilger. *Etude micromécanique de l'effet de la présence d'amas d'inclusions sur la transition fragile-ductile d'aciers nucléaires*. Thèse, Ecole Polytechnique, 2003.
- [BM91] P. Le Bec and J.P. Massoud. Etude des transformations en refroidissement continu de produits représentatifs de veines sombres observées dans des pièces forgées en acier de type 18mnd5. *Note EDF HT-41/NEQ 1613-A*, 1991.

- [Bou01] C. Bouvet. *De l'uniaxial au multiaxial: comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2001.
- [Cah62] J.W. Cahn. The impurity-drag effect in grain boundary motion. *Acta Metall.*, 10:789–798, 1962.
- [Cal97] S. Calloch. *Essais triaxiaux non-proportionnels et ingénierie des modèles de plasticité cycliques*. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1997.
- [Car99] S. Carassou. *Déclenchement du clivage dans un acier faiblement allié: rôle de l'endommagement ductile localisé autour des inclusions*. Thèse, Ecole des Mines de Paris, 1999.
- [Cas] Cast3M. Logiciel éléments finis développé par le CEA. <http://www-cast3m.cea.fr>.
- [Cav98] N. Cavallo. *Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la Z.A.T. lors d'une opération de soudage*. Thèse, INSA de Lyon, 1998.
- [CB68] J. Comon and P. Bastien. Etude expérimentale des relations entre la solidification et les hétérogénéités de lingots d'acier de 3 à 30t. *Revue de Métallurgie*, page 13, Janvier 1968.
- [CB95] C. Sainte Catherine and D. Bertheau. Essais de traction sur l'acier 16MND5 pour des températures comprises entre 950 à 1300°C. *rapport DMT/95-628*, 1995.
- [CCDR⁺76] L. Cadiou, J. Comon, L. Dunand-Roux, J. Vassal, and B. Houssin. Evolutions métallurgiques de pièces forgées de forte épaisseur en aciers faiblement alliés pour cuve de réacteurs. Décembre 1976.
- [CHC92] A. Constant, G. Henry, and J.C. Charbonnier. Principes de bases des traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des aciers. *PYC edition*, 1992.
- [CMM87] D.N Crowther, Z. Mohamed, and B. Mintz. Influence of micro-alloying additions on hot ductility. *Transactions ISIJ*, 27:366–375, 1987.
- [CN00] A. Combescure and L. Nicolas. A simplified model for the analysis of LHF/OLHF program. validation and application to a proposition of OLHF 3 test. *rapport interne 242, LMT-Cachan*, Octobre 2000.
- [Com77] J. Comon. A508 cl 3 forgings for pressure vessel. In *3rd International Conference on Pressure Vessel Technology*, Tokyo, 1977.
- [Cor84] Kawasaki Steel Corporation. Procès verbal de réception. Rapport n°B-Q5, Juin 1984.
- [Cor01] M. Coret. *Etude expérimentale et simulation de la plasticité de transformation et du comportement de l'acier de cuve 16MND5 sous chargement multiaxial anisotherme*. Thèse, Ecole normale supérieure de Cachan, 2001.
- [Dev94] J. Devos. Programme rupther. *rapport DMT/94-387*, 1994.
- [DW94] P. Dupas and F. Waeckel. Recueil bibliographique de caractéristiques thermo-mécaniques pour l'acier de cuve, les revêtements inoxydables et les alliages 182 et 600. *HI-74/93/097*, 1994.

-
- [Ede04] G. Edeline. *Mise au point d'essais de fluage sur 2 nuances de 16MND5*. DEA S3M, Université Paris 6, 2004.
- [FPZ93] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. Comportement mécanique des matériaux. 2ème volume, 1993.
- [Gay94] A. De Gayffier. Algorithme non-linéaire de Castem2000. *rapport DMT/94-188*, 1994.
- [GBM⁺99] J.M. Gentzbittel, L. Le Ber, P. Mongabure, L. Nicolas, C. Messelier Gouze, S. Bhandari, and Y. Meziere. Synthèse de l'action Rupther. *Note technique SEMT/LISN/RT/99-124/A*, 1999.
- [GH73] E.A. Grey and G.T. Higgins. Solute limited grain boundary migration: a rationalisation of grain growth. *Acta Metall.*, 21:309–321, 1973.
- [GR96] J.M. Gentzbittel and B. Riccetti. Comportement en fluage à haute température de l'acier de cuve 16MND5. *Note technique DEM N° 96/29*, 1996.
- [GRRC95] J.M. Gentzbittel, B. Riccetti, G. Robert, and C. Charpin. Comportement en fluage à 700 et 1000°C de l'acier de cuve 16MND5. *Note technique DEM N° 36/95*, 1995.
- [GV02] J.M. Gentzbittel and D. Vincent. Propriétés en traction et fluage de différents matériaux du circuit primaire: inconel600, 16MND5, 316L et 316L métal d'apport. *Note technique DTEN N° 2002/92*, 2002.
- [Hil65] M. Hillert. On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta Metallurgica*, 13:227–238, 1965.
- [Hou02] M. Houzé. *Influence des traitements thermiques sur le Pouvoir Electrique des aciers de cuve: effet des évolutions microstructurales des zones fortement ségréguées*. Thèse, INSA de Lyon, 2002.
- [HRB⁺02] F. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux, and F. Cantelaube. Multiscale displacement field measurements of compressed mineral-wool samples by digital image correlation. *Applied optics*, 41(32), 10 Novembre 2002.
- [ISOM77] H. Ikawa, S. Shin, H. Oshige, and Y. Mekuchi. Austenite grain growth of steels during thermal cycles. *Trans. Japan Welding Soc.*, 8(2):46–51, 1977.
- [Kac86] L.M. Kachanov. Introduction to continuum damage mechanics. *Martinus Nijhoff*, 1986.
- [KC] J. Kichenin and T. Charras. Cast3m - implantation d'une nouvelle loi d'évolution / loi de comportement mécanique. *rapport téléchargeable sur <http://www-cast3m.cea.fr>*.
- [KL] R. Kiessling and N. Lange. Non-metallic inclusions in steel-Part II: inclusions belonging to the systems MgO-SiO₂-Al₂O₃ and related oxide systems. Sulphide and Steel Institute. *Ed. The Metals Society*, London.
- [Kor93] G.E. Korth. Peak accident temperatures of the TMI-2 lower pressure vessel head. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [LC96] J. Lemaitre and J.L. Chaboche. Mécanique des matériaux solides. 2ème édition, 1996.

- [LD84] J.B. Leblond and J. Devaux. A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steels including effect of austenite grain size. *Acta Metall.*, 32(1):137–146, 1984.
- [Lem96] J. Lemaitre. A course on damage mechanics. *Springer Verlag 2nd edition*, 1996.
- [Loi79] Creusot Loire. Procès verbal de réception. Rapport n°B-Q5, 1978-1979.
- [Mar99] M. Martinez. *Jonction 16MND5-Inconel690-316LN par soudage diffusion, élaboration et calcul des contraintes résiduelles de procédé*. Thèse, Ecole des Mines de Paris, 1999.
- [Mar03] Y. Marco. *Caractérisation multi-axiale du comportement et de la microstructure d'un matériau semi-cristallin: application au P.E.T.* Thèse, Ecole normale supérieure de Cachan, 2003.
- [Mat] Matlab. Logiciel de calculs scientifiques. <http://www.mathworks.fr>.
- [MM89] B. Mintz and Z. Mohamed. Influence of manganese sulphur on hot ductility of steel heated directly to temperature. *Materials Science and Technology*, 5:1212–1219, Decembre 1989.
- [MMBV93] C. Maricchiolo, P.P. Milella, M. Beghini, and E. Vitale. Assessment of the TMI-2 RPV lower head temperature from metallurgical estimates. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [NCC97] L. Nicolas, V. Cotoni, and C. Sainte Catherine. Identification des paramètres d'un modèle viscoplastique couplé à l'endommagement (application à l'acier 16MND5). *rapport DMT/97-103*, 1997.
- [Nee88] A. Needleman. Material rate dependance and mesh sensitivity in localization problems. *Comput. Methods Appl. Mech. and Engng.*, 67:69–85, 1988.
- [Nic97] L. Nicolas. Calcul d'interprétation de l'essai rupther n°4 avec le modèle de fluage couplé à l'endommagement de castem2000. *rapport DMT/97-469*, 1997.
- [Nic02] L. Nicolas. Post-test-3d calculations based on olhf-1 test. *rapport DM2S/SEMT/LM2S/RT/02.027*, 2002.
- [Nic03] L. Nicolas. Synthèse des calculs d'interprétation des essais lhf-3 et lhf-5. *rapport DM2S/SEMT/LM2S/RT/03.027*, 2003.
- [NM65] Nelder and Mead. A simplex method for function minimisation. *Computer Journal*, 7, 1965.
- [NS93] F. Le Naour and P. Soulat. Influence of thermal history on microstructural aspects and mechanical properties of tmi-2 and archive pv steels. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [OCD93] OCDE. Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results. *Proceedings of an open forum sponsored by the OECD Nuclear Energy Agency and the United States Nuclear Regulatory Commission*, Boston (USA) 20-22 October 1993, 1993.

- [OEC98] OECD. Preliminary Design of OECD Lower Head Failure (OLHF) Experiments. *Letter report Sandia National Laboratories*, 1998.
- [OKJM88] V.-D. Obst, A. Klenk, P. Julisch, and K. Maile. Tests about the Failure of a Main Feed Line Due to Creep under High System Pressure. *Report MPA 1500 771*, Seoul, Korea(Stuttgart, Germany), 1988.
- [PDDB03] T. Pardoën, D. Dumont, A. Deschamps, and Y. Brechet. Grain boundary versus transgranular ductile failure. *Journal of the mechanics and physics of solids*, 51:637–665, 2003.
- [Pel93] R. Pelli. Metallographic examinations of the TMI-2 rpv lower head sample e-8. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [Pet03] C. Petry. *Caractérisation de l'endommagement du Narloy-Z en fluage*. DEA S3M, Université Paris 6, 2003.
- [Piq89] R. Piques. *Mécanique et mécanismes de l'amorçage et de la propagation des fissures en viscoplasticité dans un acier inoxydable austénitique*. Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1989.
- [PPBB85] J. Pisseloup, I. Pointault, J.P. Badeau, and P. Bocquet. Adaptation du type et de la géométrie du lingot à la fabrication de grosses pièces forgées . Conséquences au niveau de la ségrégation. *Journées Métallurgiques d'Automne de la SFM*, Octobre 1985.
- [Rao99] S. Raoul. *Rupture intergranulaire fragile d'un acier faiblement allié induite par la ségrégation d'impuretés aux joints de grains: influence de la microstructure*. Thèse, Université Paris Sud, 1999.
- [RCC] RCCM. Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires PWR.
- [Ren97] S. Renevey. *Approches globale et locale de la rupture dans le domaine de transition fragile-ductile d'un acier faiblement allié*. Thèse, Université Paris Sud, 1997.
- [RKS93] U. Ruoff, K.H. Katerbau, and D. Sturm. Microstructural investigations of TMI-2 lower pressure vessel head steel. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [San99] Sandia. Lower Head Failure - Experiments and Analyses. *Report nureg/cr-5582-sand98-2047*, Sandia National Laboratories, 1999.
- [SBB⁺98] K. Sestier, L. Bedel, H. Burlet, I. Chu, and B. Riccetti. Comparaison des aciers de cuve utilisés dans les programmes rupther et krakatoa. *Note technique DEM/98/15*, 1998.
- [Sei96] J.M. Seiler. Dossier d'analyse du GAREC - rétention du corium en cuve. *DTP/SRT/LTEM/96-42*, CEA Grenoble, 1996.
- [Sek04] S. Sekfali. *Analyse des conditions microstructurales conduisant à la rupture intergranulaire ou par clivage des aciers de cuve*. Thèse, Ecole Centrale Paris, 2004.
- [Ses98] Karine Sestier. *Evolution microstructurale et comportement mécanique à haute température de l'acier de cuve 16MND5 en situation d'accident grave*. Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1998.

- [Ses99] K. Sestier. Caractérisation du matériau Krakatoa forgé 16MND5, comparaison avec le matériau Rupther. *Note technique DEM/97/39*, 1999.
- [SHBB90] P. Soulat, B. Houssin, P. Bocquet, and M. Bethmont. Analysis of irradiation embrittlement results from a french forging examined in the second phase of an IAEA coordinated research programme. *IAEA Specialist Meeting Radiation Embrittlement of Nuclear Reactor Pressure Vessel Steels*, Balatonfüred, Septembre 1990.
- [SNDK99] B.R. Sehgal, R.R. Nourgaliev, T.N. Dinh, and A. Karbojian. FO-REVER experimental program on reactor pressure vessel creep behavior and core debris retention. *Proceedings of the 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT-15)*, Seoul, Korea, 15-20 August 1999.
- [SWdS] Serveur Web du SNL. Sandia National Laboratory. <http://www.sandia.gov>.
- [Tan01] B. Tanguy. *Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition*. Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [TSK93] T. Tsukada, S. Suzuki, and S. Kawasaki. A method for estimating peak temperature reached of tmi-2 vessel lower head by microstructural examination of 308 stainless steel overlay. *Three Mile Island Reactor Pressure Vessel Investigation Project, Achievements and Signification Results*, 1993.
- [VB04a] B. Vereecke and R. Billardon. Caractérisation des évolutions micro-structurales au chauffage de deux nuances de 16MND5. *Congrès Nationale MECAMAT Aussois*, 2004.
- [VB04b] B. Vereecke and R. Billardon. High temperature structural analysis taking account of material creep behaviour variability. *ECCOMAS 2004 - 4th European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering, Jyväskylä (Finlande)*, 2004.
- [VBH03a] B. Vereecke, R. Billardon, and F. Hild. Analyse probabiliste du comportement en fluage d'un acier 16MND5: Identification de paramètres aléatoires. *16^{ème} Congrès Français de Mécanique*, 2003.
- [VBH03b] B. Vereecke, R. Billardon, and F. Hild. Analyse probabiliste du comportement en fluage d'un acier 16MND5: Identification d'une distribution d'endommagement initial. *Congrès Nationale MECAMAT Aussois*, 2003.
- [VPB04] B. Vereecke, C. Petry, and R. Billardon. An elasto-viscoplastic model coupled to damage and grain growth to take account of material variability. *ICTAM04 - 21st International Congress of Theoretical in Applied Mechanics, Varsovie (Pologne)*, 2004.
- [WASW03] H.-G. Willschütz, E. Altsadt, B.R. Sehgal, and F.-P. Weiss. Simulation of creep tests with French or German RPV-steel and investigation of a RPV-support against failure. *Annals of Nuclear Energy*, (30):1033–1063, 2003.

- [WC96] J.L. Widloecher and C. Sainte Catherine. Rupther, caractérisation en traction et relaxation-fluage de l'acier 16MND5 à haute température (950 à 1300°c. *rapport DMT/96-381*, 1996.

Annexe A

Le matériau 16MND5

A.1 Norme RCCM [RCC]

T (°C)	R _{0.2%} (MPa)	R _m (MPa)	A%
20	≥400	550-670	≥20%
350	≥300	-	-

Tableau A.1 – *Spécification des caractéristiques mécaniques du 16MND5 en traction [RCC].*

T (°C)	Résilience KCV (daJ/cm ²)	Direction axiale	Direction circonférentielle
20	Valeur minimale individuelle	13	16
0	Valeur minimale moyenne	7	10
	Valeur minimale individuelle	5	7.5
-20	Valeur minimale moyenne	5	7
	Valeur minimale individuelle	3.5	6

Tableau A.2 – *Spécification des caractéristiques mécaniques du 16MND5 en résilience [RCC].*

A.2 Procédé de fabrication des viroles

Tout d'abord, l'acier de cuve est élaboré au four électrique à partir de ferrailles sélectionnées puis il est coulé en lingot. Les grandes dimensions des viroles imposent des volumes et des masses de lingot importantes pouvant atteindre 196 tonnes et la solidification peut prendre alors jusqu'à 32 heures. Dans la technique du lingot

conventionnel, le moule est cône et la partie centrale du lingot se solidifie en dernier. La solidification étant hétérogène, les éléments d'alliage ségrègent de manière importante vers les zones se solidifiant en dernier. Les différentes zones de ségrégation [CB68] sont bien illustrées sur la figure A.1.

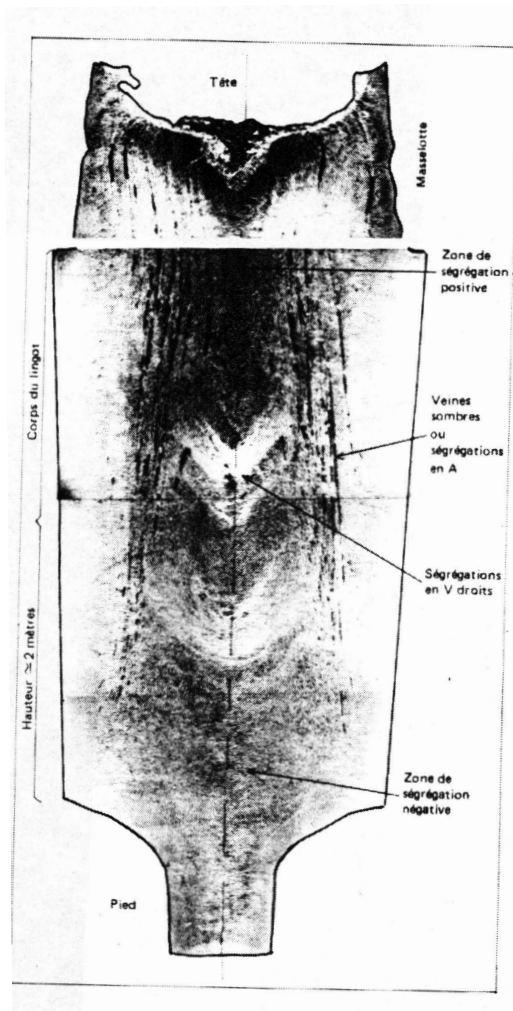


Figure A.1 – Empreinte Baumann d'un lingot de 30 tonnes en acier au Carbone montrant les différentes ségrégations.

Une fois le lingot solidifié et refroidi, il subit plusieurs opérations de forgeage permettant d'obtenir la virole finale. Les différentes opérations sont décrites en Figure A.2.

Avant chaque opération, la pièce est portée à une température de 1250°C et les différentes étapes de forgeage se font à des températures supérieures à 800°C. La découpe des chutes et surtout le poinçonnage permettent de supprimer la plupart des zones où les éléments d'alliage ont ségrégé. Ensuite, les opérations d'écrasement, de bigornage et d'étirage donnent les dimensions requises à la virole.

Enfin, avant que les différentes viroles ne soient assemblées entre elles par soudage, elles subissent des traitements thermiques qui leur confèrent les propriétés mécaniques requises. Ils sont regroupés dans le tableau A.3.

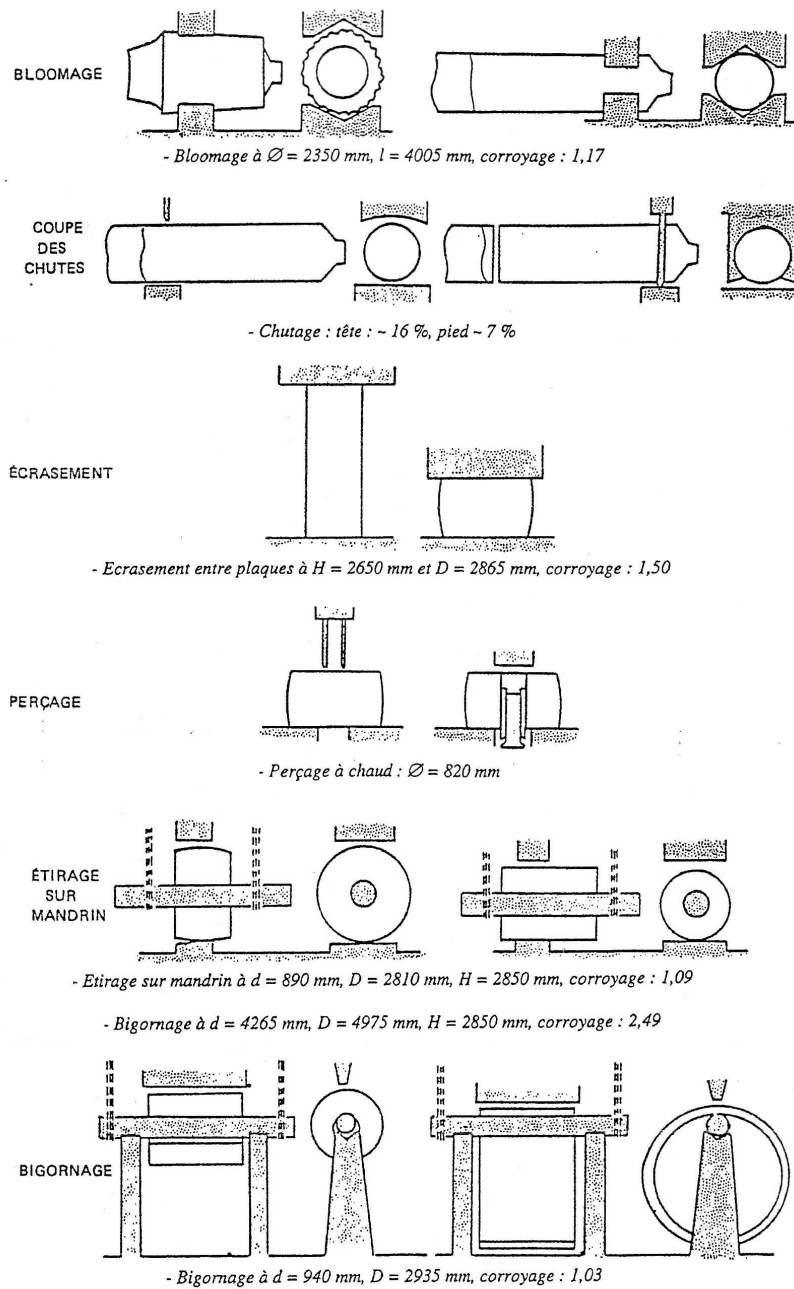


Figure A.2 – Différentes opérations de forgeage.

Le traitement thermique de précaution a pour objectif d'homogénéiser et d'affiner la microstructure et le traitement thermique de qualité confère à l'acier ses propriétés mécaniques d'usage.

	Austénitisation	Austénitisation	Revenu	Revenu
Tr. Th.	T° et durée	Refroidissement	T° et durée	Refroidissement
Tr. Th. de précaution	900-950°C 6h mini	Trempe eau 20 à 42mn puis air	625-675°C 6h mini	Air ou four
Tr. Th. de qualité	865-900°C 3 à 5h	Trempe eau 58-62mn	630-660°C 5 à 7h	Air ou four

Tableau A.3 – *Différents traitements thermiques appliqués à la virole.*

A.3 Hétérogénéités dans la cuve

Il y a plusieurs zones de ségrégation mais les plus importantes sont au centre du lingot. La plupart seront supprimées par l'opération de poinçonnage, mais les ségrégations en A ou veines sombres restent. Une micrographie de ces veines sombres est proposée par S. Sekfali [Sek04] sur la figure A.3.

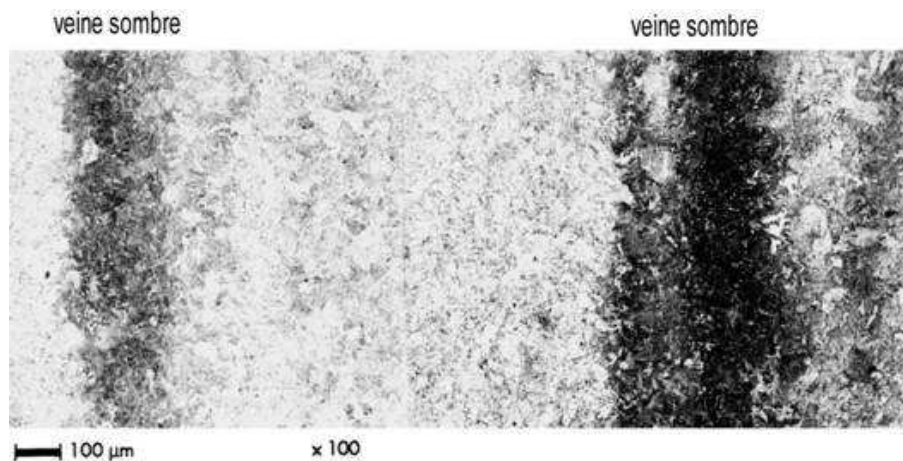


Figure A.3 – *Micrographie de veines sombres.*

P. Bocquet [BBPB89] donne le pic de composition dans ces veines sombres obtenu à partir de plusieurs mesures:

C:0.30% Si:0.34% Mn:1.85% Ni:0.91%
 Cr:0.29% Mo:1.00% Cu:0.14% P:0.022%

Localement, la nuance de l'acier est modifiée et il devient plus fragile notamment avec l'augmentation des taux de silicium, manganèse, molybdène et surtout phosphore. Ces modifications entraînent un décalage de la température de transition ductile-fragile de l'ordre de 75°C [SHBB90]. K. Sestier [Ses98] mesure également de manière comparable des augmentations de composition chimique dans les veines sombres.

Ces veines sont également caractérisées par une augmentation locale de la dureté. N. Cavallo [Cav98] mesure une dureté hors veines sombres de 200Hv et une dureté dans les veines sombres de 250Hv.

Cependant, ces veines sombres ne sont pas situées au même endroit si la coulée est en lingot plein ou creux. Pour obtenir un lingot creux, un noyau est utilisé lors de la coulée de l'acier [PPBB85]. Les positions des veines sombres après la fabrication des viroles, pour les deux techniques de coulées, sont illustrées sur la figure A.4.

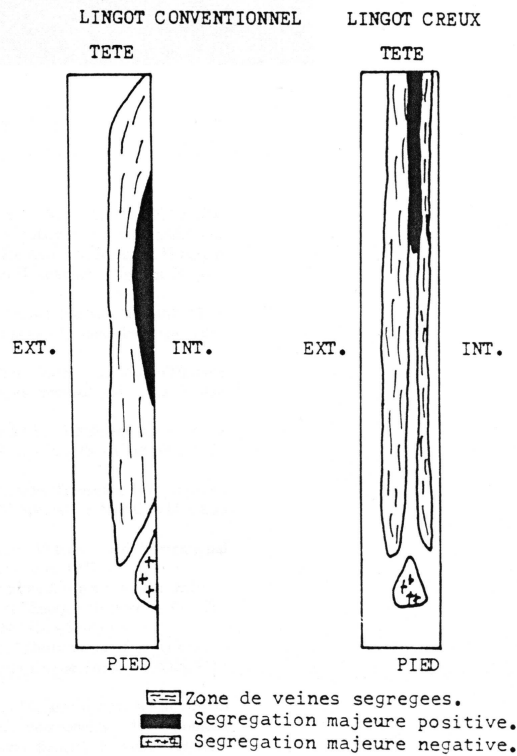


Figure A.4 – Différence de position des zones ségréguées pour un lingot conventionnel et un lingot creux.

L'utilisation d'un noyau permet de repousser les veines sombres de la peau interne vers le centre de l'épaisseur de la cuve. Les veines sombres sont enrichies en éléments d'alliages et sont plus sensibles à la fragilisation par irradiation. Il est donc intéressant pour la tenue de la cuve dans le temps de les repousser vers le centre de l'épaisseur. Effectivement, K. Sestier [Ses98], au travers des mesures de dureté, a montré sur une virole qui provenait d'un lingot creux, que les veines sombres se situaient au tiers de l'épaisseur.

A.4 Diagramme d'équilibre

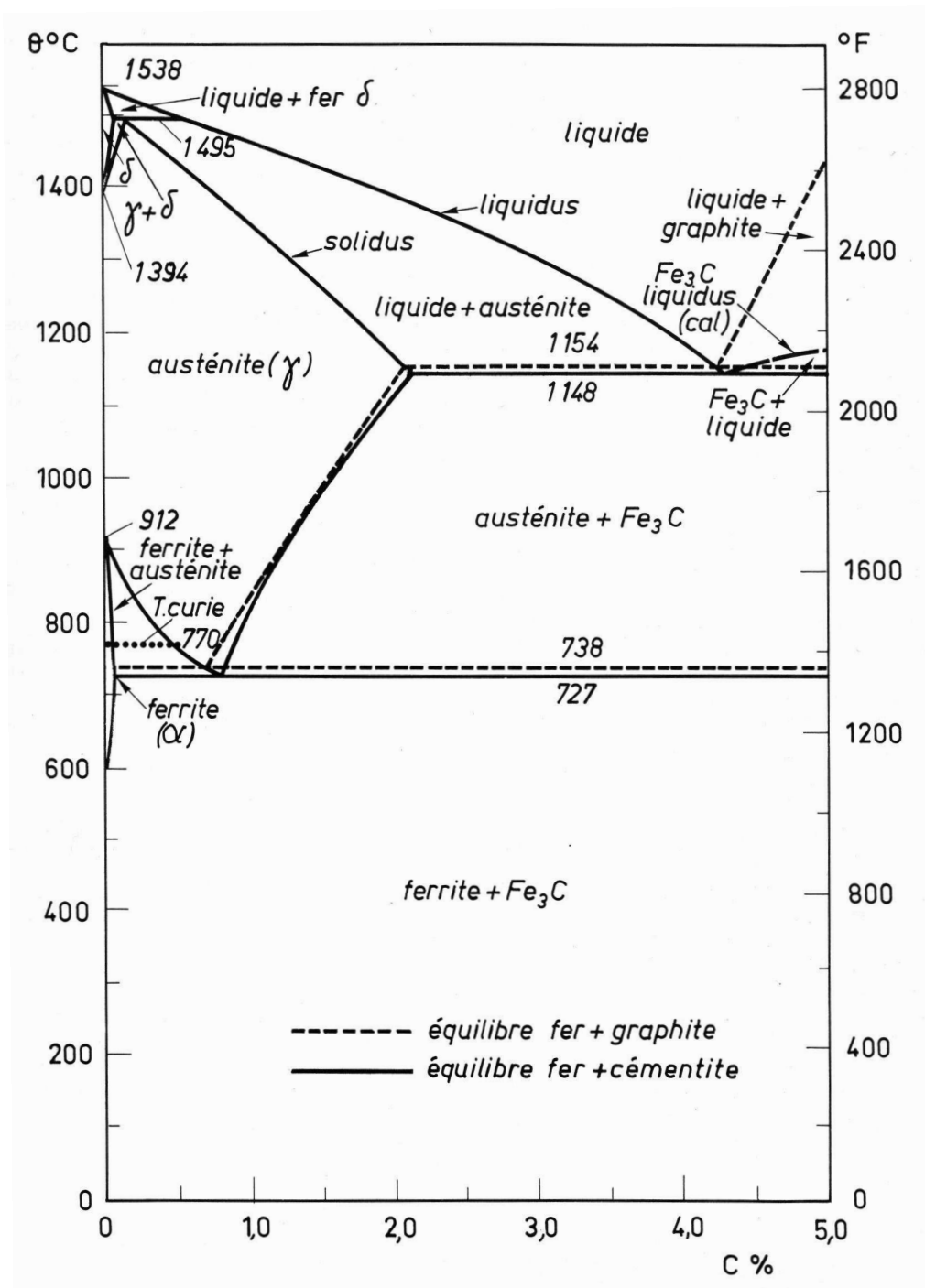


Figure A.5 – Diagramme d'équilibre métastable Fer-Cémentite.

A.5 Diagramme TRC du 18MND5

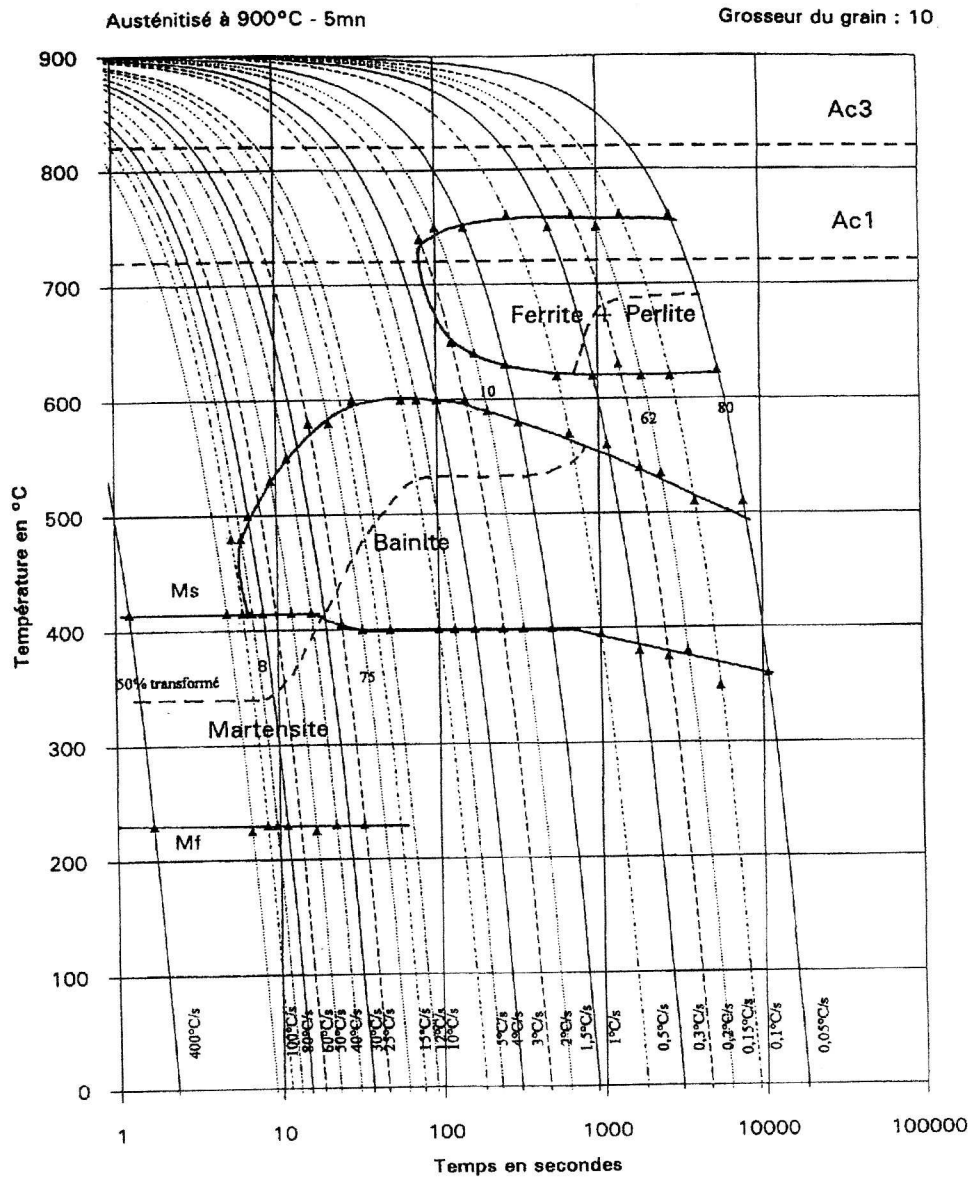


Figure A.6 – Diagramme TRC du 18MND5 (d'après P. Le Bec [BM91]).

Annexe B

Compléments sur l'étude métallurgique

Sommaire

B.1 Résultats du dosage des éprouvettes de l'étude métallurgique



N° 90569
A 90570

RESULTATS

ANALYSE DE COMPOSITION CHIMIQUE N° 90569 - AMI

Echantillon massif repère : R3-2

ELEMENTS	VALEURS TROUVEES (%)	INCERTITUDES DE MESURE (%)	METHODES
Carbone	0,167	± 0,005	CIR
Silicium	0,29	± 0,01	SEO
Manganèse	1,49	± 0,02	SEO
Soufre	< 0,003	-	CIR
Phosphore	0,007	± 0,001	SEO
Nickel	0,84	± 0,02	SEO
Chrome	0,20	± 0,01	SEO
Molybdène	0,52	± 0,01	SEO
Aluminium	0,034	± 0,005	SEO
Oxygène	0,0014	± 0,0005	FRIR
Azote	0,0050	± 0,0005	FRCT
METHODE ANALYTIQUE			
CIR ⇨ Combustion absorption Infra-Rouge SEO ⇨ Spectrométrie d'Emission Optique. FRIR ⇨ Fusion Réductrice absorption Infra-Rouge FRCT Fusion Réductrice Conductibilité Thermique			

2/3

Figure B.1 – Dosage des éprouvettes en 16MND5 nuance A



RESULTATS

ANALYSE DE COMPOSITION CHIMIQUE N° 90570 - AM1

Echantillon massif repère : K3-32

ELEMENTS	VALEURS TROUVEES (%)	INCERTITUDES DE MESURE (%)	METHODES
Carbone	0,160	± 0,005	CIR
Silicium	0,17	± 0,01	SEO
Manganèse	1,35	± 0,02	SEO
Soufre	0,007	± 0,001	CIR
Phosphore	0,009	± 0,001	SEO
Nickel	0,74	± 0,02	SEO
Chrome	0,17	± 0,01	SEO
Molybdène	0,50	± 0,01	SEO
Aluminium	0,029	± 0,005	SEO
Oxygène	0,0013	± 0,0005	FRIR
Azote	0,0020	± 0,0005	FRCT
METHODE ANALYTIQUE			
CIR ⇨ Combustion absorption Infra-Rouge			
SEO ⇨ Spectrométrie d'Emission Optique.			
FRIR ⇨ Fusion Réductrice absorption Infra-Rouge			
FRCT Fusion Réductrice Conductibilité Thermique			

Figure B.2 – Dosage des éprouvettes en 16MND5 nuance B

B.2 Principe du Pouvoir Thermo Electric

B.2.1 Effet Seebeck

L'effet Seebeck, du nom de son inventeur en 1826, est un effet physique des matériaux conducteurs. Nous pouvons l'expliquer par le schéma de la Figure B.3. Si

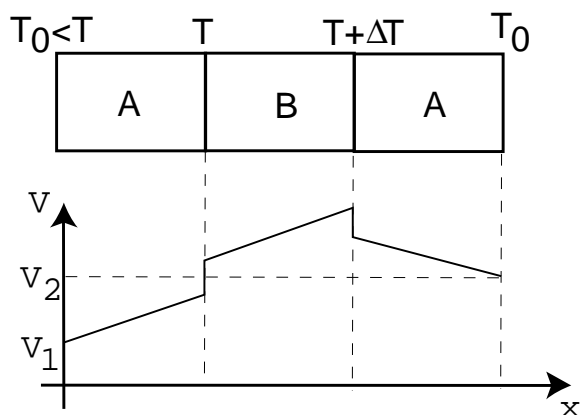


Figure B.3 – *Effet Seebeck (1826)*

ΔT est relativement petit, nous pouvons introduire le Pouvoir Thermo-Electrique des deux matériaux S_{BA} par:

$$S_{BA} = S_B - S_A = \frac{\Delta V}{\Delta T} = \frac{V_2 - V_1}{\Delta T} \quad (\text{B.1})$$

En fait, ce phénomène fut expliqué par la suite par la combinaison des effets Peltier et Thomson, respectivement représentés sur les Figures B.4 et B.5.

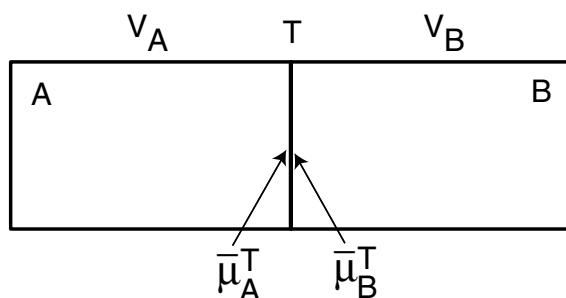
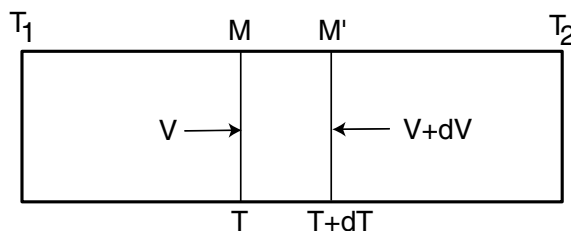


Figure B.4 – *Effet Peltier (1834)*

Peltier découvrit en 1834, qu'au contact de deux matériaux métalliques (Figure B.4) à la même température, il se crée une différence de potentiel électrique $V_A - V_B$ due à l'équilibre des potentiels électrochimiques $\bar{\mu}_{\text{métal}}^{\text{Température}}$ des deux matériaux. On a:

$$\bar{\mu}_A^T = \bar{\mu}_B^T \quad (\text{B.2})$$

Figure B.5 – *Effet Thomson (1856)*

où

$$\mu_A^T - |e| \cdot V_A = \mu_B^T - |e| \cdot V_B \quad (\text{B.3})$$

avec $\mu_{\text{métal}}^{\text{Température}}$ le potentiel chimique du matériau à une certaine température.

Thomson découvrit en 1856, que dans un matériau métallique soumis à un gradient thermique, il se crée une différence de potentiel (Figure B.5), toujours due à l'équilibre des potentiels électrochimiques et à leur dépendance en température. On peut définir ainsi le pouvoir thermo-électrique S par:

$$S = \frac{1}{|e|} \cdot \frac{d\bar{\mu}}{dT} \quad (\text{B.4})$$

Ainsi, en appliquant les relations B.4 et B.3 traduisant les effets Peltier et Thomson, nous pouvons retrouver la relation B.1. Expérimentalement, c'est directement l'effet Seebeck qui est utilisé. Le matériau B est celui dont nous voulons connaître le PTE et le matériau A, un matériau de référence (du cuivre dans notre cas).

B.2.2 Facteurs influençant le PTE

Le PTE d'un matériau métallique est très sensible à sa composition et à l'état des éléments d'alliage qui le composent. Les éléments d'alliage dans le 16MND5 peuvent être sous forme de précipités ou en solution solide dans la matrice composée de fer. Le passage des éléments de la solution solide aux précipités se nomme la précipitation et le phénomène inverse la dissolution. Formellement, nous pouvons décomposer le pouvoir thermo-électrique S correspondant à un état donné de précipitation de la façon suivante:

$$S = S_0 + \Delta S_d + \Delta S_p \quad (\text{B.5})$$

où S_0 est le pouvoir thermo-électrique du métal de base pur, ΔS_d la contribution à S des éléments dissous et ΔS_p la contribution des précipités.

B.3 Moyens expérimentaux

Pour réaliser toute cette partie expérimentale, nous avons utilisé des moyens expérimentaux du SRMA du CEA Saclay. Nous avons tout d'abord utilisé un dilatomètre de trempe, représenté sur les Figures B.6 et B.7.

Pour le chauffage, deux lampes halogènes et des surfaces intérieures réfléchissantes du four permettent de chauffer à des vitesses de température très variables :



Figure B.6 – Dilatomètre de trempe DT1000 en fonctionnement



Figure B.7 – Four du dilatomètre de trempe

de $10^{\circ}\text{C}/\text{h}$ à $100\text{-}200^{\circ}\text{C}/\text{s}$ jusqu'à 1300°C . Le refroidissement est assuré par différents circuits de gaz : injection d'air comprimé, d'hélium à température ambiante ou d'hélium refroidi par de l'azote liquide. Ceci permet également d'obtenir des vitesses de refroidissement très variables : de $10^{\circ}\text{C}/\text{h}$ à $100\text{-}200^{\circ}\text{C}/\text{s}$. De plus, nous pouvons contrôler l'atmosphère du four pendant l'essai : vide primaire, hélium statique ou hélium dynamique. La mesure et le contrôle de la température est assuré par un thermo-couple soudé sur l'éprouvette. Un capteur LVDT mesure le déplacement d'une canne en silice reposant sur l'éprouvette. Ainsi, nous pouvons connaître la déformation due à la dilatation.

Nous avons utilisé un autre four du SRMA pour réaliser des chauffages et des refroidissements lents. L'avantage est que l'atmosphère de ce four peut atteindre un vide secondaire, ce qui limite l'oxydation et la décarburation des éprouvettes au cours de l'essai.

Enfin, pour les mesures de PTE, nous avons utilisé un appareil développé au GEMPPM de l'INSA de Lyon et commercialisé par la société TECHMETAL. Des photos de l'appareil sont présentées sur les Figures B.8 et B.9.



Figure B.8 – PTEmètre



Figure B.9 – Petit tiroir du PTEmètre

Cet appareil utilise directement l'effet Seebeck (Figure B.3). Deux blocs en cuivre (figure B.9), dont un est à une température de 15°C et l'autre à 25°C , permettent de

poser l'éprouvette dont nous voulons connaître le PTE. Les températures des deux blocs sont parfaitement régulées au $1/10^{\text{ème}}$ de °C. Un vérin permet d'exercer un effort presseur sur l'éprouvette qui garantit un bon contact mécanique et thermique entre l'éprouvette et les blocs de cuivre. Ensuite, la mesure de différence de potentiel est assurée par un voltmètre dont la résolution est de l'ordre du nV . L'étalonnage de l'appareil est réalisé par deux éprouvettes : la première en cuivre et la seconde en aluminium. Il est à noter que la mesure du PTE est une mesure rapide (une dizaine de secondes) et que pour chaque éprouvette, nous avons fait 4 mesures correspondant aux 4 possibilités données par les plans de symétrie.

B.4 Influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur la mesure du PTE

Nous avons également étudié l'influence de l'épaisseur des éprouvettes sur la mesure du PTE. Lors de notre étude, nous étions les premiers utilisateurs du petit tiroir du PTEmètre permettant d'utiliser des éprouvettes de longueur 12mm (les éprouvettes testées jusque là étant sous forme de languette de 40mm de long). A titre de validation du nouveau tiroir et des mesures sur éprouvettes plus petites, nous avons étudié l'influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur la mesure de PTE.

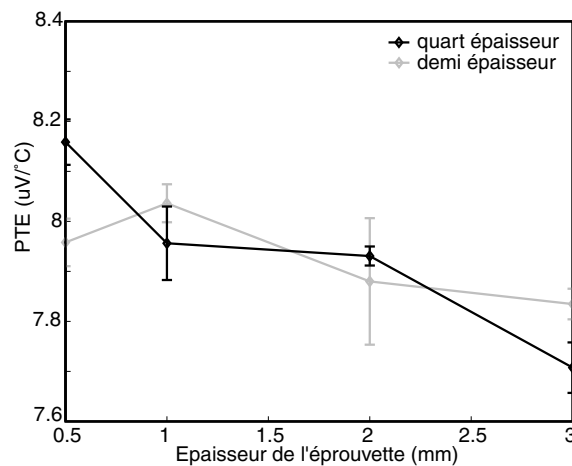


Figure B.10 – Influence de l'épaisseur de l'éprouvette sur la mesure du PTE pour l'acier 16MND5 nuance B

Sur la Figure B.10), nous observons une augmentation de la mesure avec la diminution de l'épaisseur de l'éprouvette, ce qui confirme que la mesure de PTE n'affecte qu'une faible épaisseur du matériau (inférieure à 0.5mm). Des mesures sur des épaisseurs encore plus faibles (jusqu'à 0.05mm ?) auraient sans doute permis d'observer un phénomène de saturation.

B.5 Compositions des attaques chimiques

Pour révéler la microstructure d'un acier, on utilise couramment le Nital qui est un mélange d'acide nitrique et d'alcool pur éthylique. On peut faire varier la concentration d'acide nitrique pour adapter la vitesse d'attaque: 2%, 4%, 5% voire 8% pour révéler par exemple les veines sombres.

Pour révéler les anciens joints de grains austénitiques, il est courant d'utiliser l'attaque Villela ou l'attaque Picral. L'attaque Villela est composée de:

- 1 g d'acide picrique
- 5 ml d'acide chlorhydrique
- 100 ml d'éthanol

et l'attaque Picral est une solution d'eau distillée sursaturée en acide picrique. Ce réactif s'utilise à des températures de l'ordre de 60°C pour qu'il soit assez actif.