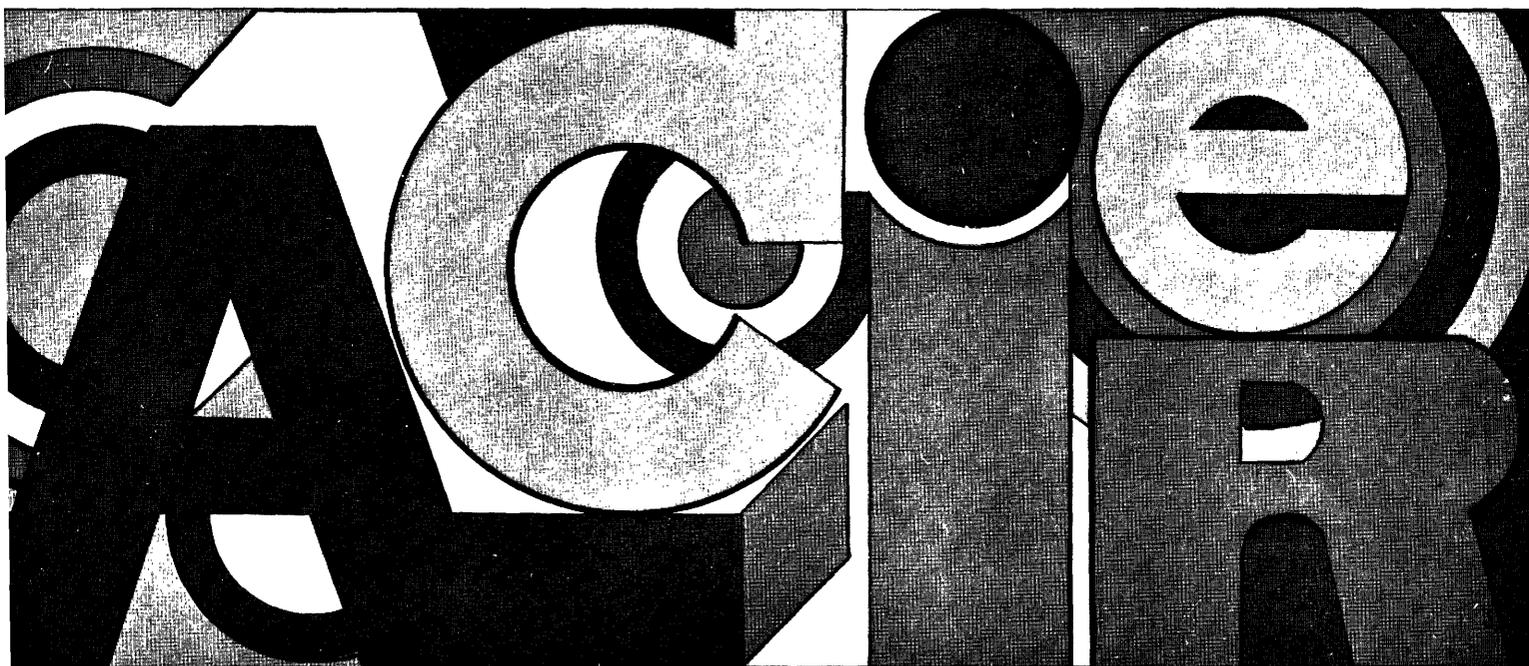


communauté européenne du charbon et de l'acier
la commission

recherche technique « acier »

propriétés d'emploi des aciers
sensibilité à la rupture fragile de l'acier



mars 1973

eur 4919 d,f

communauté européenne du charbon et de l'acier
la commission

recherche technique « acier »

propriétés d'emploi des aciers
sensibilité à la rupture fragile de l'acier

(1^{er} programme collectif - convention n° 6210-25/070)

rapport final

mars 1973

eur 4919 d,f

AVERTISSEMENT

La Commission des Communautés européennes n'est pas responsable de l'emploi qui sera fait des informations contenues dans le présent ouvrage.

Dans le cadre des recherches bénéficiant de l'appui de la Commission des Communautés européennes sur les propriétés d'emploi des aciers, un groupe de travail s'est occupé de la sensibilité de l'acier à la rupture fragile. Dans une première tranche des travaux (« Premier programme »), les questions traitées peuvent se classer dans les quatre domaines suivants :

- 1) Critères généraux pour caractériser la sensibilité à la rupture fragile
- 2) Caractéristiques de la sensibilité à la rupture fragile des produits de faible épaisseur
- 3) Fragilisation par déformation à froid et vieillissement
- 4) Recherches fondamentales sur la tendance à la rupture fragile.

Les instituts suivants ont pris part à ces travaux :

- Centre national de recherches métallurgiques à Liège
- Centro sperimentale metallurgico à Rome
- Institut de recherches de la sidérurgie française à Saint-Germain-en-Laye
- Institut für Eisenhüttenwesen der Rhein.-Westf. Technischen Hochschule Aachen à Aix-la-Chapelle
- Institut für Metallkunde der Technischen Universität Berlin à Berlin
- Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf.

Le groupe de travail mentionné ci-dessus (Comité exécutif) était composé de :

<i>Président :</i>	Dr.-Ing. Schmitz	Verein Deutscher Eisenhüttenleute
<i>Président (depuis 1970) :</i>	Dr. Schlüter	Verein Deutscher Eisenhüttenleute
<i>Membres :</i>		
<i>Allemagne</i>	Pr. Dr. Kochendörfer	Max-Planck-Institut für Eisenforschung
	Dr.-Ing. Krisch	Max-Planck-Institut für Eisenforschung
	Dr. Löhberg	Institut für Metallkunde der Technischen Universität Berlin
	Dr.-Ing. Schmidtman	Institut für Eisenhüttenwesen der Rhein.-Westf. Technischen Hochschule Aachen
<i>Belgique :</i>	M. Gouzou	Centre national de recherches métallurgiques
	M. Marquet	Centre national de recherches métallurgiques
<i>France :</i>	M. Grumbach	Institut de recherches de la sidérurgie française
	M. Prudhomme	Institut de recherches de la sidérurgie française
<i>Italie :</i>	M. Bollani	Laboratorio ricerca Società Fiat
	M. Brozzo	Centro sperimentale metallurgico
	M. Guerrera	Istituto italiano della saldatura

Pays-Bas :

M. Huizinga

Koninklijke Nederlandsche Hoogovens en
Staalfabrieken NV.

M. van der Veen

Koninklijke Nederlandsche Hoogovens en
Staalfabrieken NV.

TABLE DES MATIÈRES

1. CRITÈRES GÉNÉRAUX POUR CARACTÉRISER LA SENSIBILITÉ A LA RUPTURE FRAGILE	7
2. CARACTÉRISTIQUES DE LA SENSIBILITÉ A LA RUPTURE FRAGILE DES PRODUITS DE FAIBLE ÉPAISSEUR	11
3. FRAGILISATION PAR LA DÉFORMATION A FROID ET PAR LE VIEIL- LISSEMENT : SON EXAMEN	12
4. RECHERCHES FONDAMENTALES SUR LA TENDANCE A LA RUPTURE FRAGILE	14
RÉSUMÉ	17
BIBLIOGRAPHIE.	19
Figures 1-28	21

1. CRITÈRES GÉNÉRAUX POUR CARACTÉRISER LA SENSIBILITÉ A LA RUPTURE FRAGILE

L'essai de résilience classique est relativement peu coûteux, les résultats sont riches en informations, lorsqu'il ne s'agit que de développer des aciers insensibles à la rupture fragile ou de comparer des aciers. La résilience n'est pas assurément une grandeur physique bien définie, l'utilisateur d'acier ne peut pas recourir directement à elle pour le calcul de la résistance mécanique ou comme base d'appréciation d'une garantie contre la rupture fragile d'un élément de construction en tenant compte des conditions de service, pas plus que lorsqu'on travaille avec une température de transition définie arbitrairement.

Les avantages de l'essai de résilience justifient les tentatives faites pour mieux définir physiquement les grandeurs caractéristiques déterminées, afin de les rendre plus utiles pour l'utilisation de l'acier. Une voie envisagée pour y parvenir consiste à *réaliser l'essai de résilience à l'aide d'appareils à équipement électronique* pour enregistrer les courbes force-déformation par flexion et les courbes force-temps, dont on déduit des critères significatifs de la rupture fragile

Pour atteindre ce but, l'Institut für Eisenhüttenwesen de la Technische Hochschule d'Aix-la-Chapelle a mis au point la méthode suivante (1) (2) : des éprouvettes entaillées comme pour l'essai de résilience sont frappées à différentes températures avec un marteau rotatif équipé électroniquement. On relève en même temps les courbes force-déformation par flexion. L'allure des courbes est en étroite relation avec la structure de la cassure. On peut alors distinguer les zones suivantes (voir fig. 4) :

- Zone I : plage élastique
 - Zone II : plage élastique-plastique
 - Zone III : plage de l'extension de la fissure
 - Zone IIIa : extension d'une cassure due à un effort de cisaillement
 - Zone IIIb : extension d'une cassure due à un effort normal (zone cristalline)
 - Zone IIIc : extension d'une cassure due à un effort de cisaillement.
- } zone de la formation de la fissure

La taille des différentes zones partielles sous la courbe force-déformation par flexion et leur importance relative dans le total de l'aire dépendent des conditions d'essai qui se caractérisent par l'état de contrainte (forme de l'entaille), la vitesse d'impact et la température. En enregistrant les courbes force-déformation par flexion de ce genre à des températures variables, on peut déterminer deux températures caractéristiques, où le processus de rupture change. Il s'agit d'une part de la température (T_S), à laquelle on passe de la rupture due à un effort de cisaillement à la rupture due à un effort normal, lorsque la température diminue; cette modification est caractérisée par l'aspect de la cassure : une portion de la surface de rupture apparaît mate pour la dernière fois aux environs du fond de l'entaille. Dans l'allure du diagramme correspondant de l'effort en fonction de la déformation par flexion, cette transition se manifeste par une augmentation de la vitesse de variation de la charge ou par une discontinuité dans la chute de charge, qui n'apparaît qu'après le dépassement de l'énergie maximale. D'autre part, il s'agit de la température (T_N), à laquelle aucune déformation plastique mesurable ne s'oppose plus à la rupture fragile, lorsque la température diminue, et à laquelle la courbe de la charge en fonction de la déformation par flexion ne se compose plus que du triangle de déformation élastique.

Si on intègre les courbes force-déformation par flexion, et si on porte les énergies développées en fonction de la température d'essai, on obtient des courbes de résilience en fonction de la température, qui sont caractérisées par des discontinuités aux températures définies ci-dessus. On propose de désigner ces deux températures comme températures de transition. La figure 2 illustre schématiquement ces conditions. La figure 3 montre les courbes force-déformation par flexion et la courbe résilience-température qui en est déduite, pour un acier à 0,32 % C, 0,20 % Si, 0,63 % Mn, 0,02 % P, 0,02 % S et 0,006 % N, après un maintien de 13,5 heures au four à 950 °C.

Avec ce procédé, on peut mieux décrire le comportement du matériau dans des conditions déterminées qu'avec l'essai habituel de flexion par choc sur barreau entaillé. En utilisant des éprouvettes entaillées avec des acuités d'entaille différentes, il est possible de déterminer dans le travail total consommé par le choc, la part qui caractérise la résistance du matériau dans le domaine de l'amorçage des fissures, et celle qui la caractérise dans le domaine de l'extension des fissures.

Le procédé est très prometteur, parce que manifestement on peut établir une relation utile entre la température de transition (T_S) (voir ci-dessus), lorsqu'elle est déterminée avec des éprouvettes à entaille aiguë, et la température d'arrêt de propagation de fissure dans l'essai Robertson. Étant donné que l'essai de résilience avec l'appareillage en question est sensiblement moins coûteux que l'essai de Robertson, on étudiera cette relation de plus près. Il semble aussi se dessiner la possibilité de trouver une corrélation avec le coefficient K_{IC} de la mécanique de la rupture. Cette question sera également étudiée de plus près.

On effectua aussi des recherches au Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf pour répondre à la question suivante : dans quelle mesure est-il possible de rendre l'essai de résilience capable de fournir des informations en mesurant électroniquement l'allure des phénomènes, en mesurant la force en fonction du temps par exemple. On déduit ce qui suit des résultats des essais (3) (4).

Indépendamment d'autres informations, les courbes force-temps permettent d'obtenir des renseignements sur la formation des clivages dans des essais de choc sur éprouvettes entaillées, formation qui s'accompagne d'une chute de l'effort : ces clivages peuvent apparaître dans la partie supérieure de la zone de rupture mixte après dépassement de la force maximale de flexion, par conséquent après une déformation importante, avec des ruptures sans déformation, mais peu après ou immédiatement après la limite d'élasticité en flexion. La figure 4 représente les détails de ces rapports : les résultats des mesures sur de l'acier St 37-3 selon DIN 17 10 sont donnés comme exemple. Dans cette figure P_{R1} est la force au début, P_{R2} celle à la fin de la rupture rapide. La limite supérieure de la chute de l'effort, début du clivage cristallin (courbe P_{R1}), rejoint — avec la décroissance de la ténacité — la courbe de l'effort de flexion maximal (courbe P_{max}). La limite inférieure de la chute de l'effort (courbe P_{R2}) montre que pour une ténacité moyenne le clivage ou la part de la rupture fragile s'arrête et passe ensuite à nouveau dans une rupture plastique. La température, où cette limite inférieure de la chute de l'effort (courbe P_{R2}) atteint la valeur zéro, peut être retenue comme une nouvelle caractéristique ; c'est la température d'arrêt de propagation de la fissure de l'essai de résilience. A cette température correspond pour les aciers examinés (St 37-3 et St 52-3) et pour l'essai I.S.O. sur éprouvette à entaille en V, une résilience d'environ 50, et pour l'essai de résilience DVM une résilience de 100 à 120 N/cm², et cette nouvelle caractéristique est en effet mieux définie qu'une des températures de transition habituelles, qui sont par exemple définies par une résilience de 35 N/cm² ou par une valeur de 50 % de résilience à un niveau élevé.

Il paraît avantageux d'étudier dans quelle mesure on peut établir une relation entre cette température d'arrêt de propagation des fissures de l'essai de résilience et la température d'arrêt de propagation de fissures de l'essai Robertson.

L'Institut de recherches de la sidérurgie française (IRSID) à Saint-Germain-en-Laye s'est également intéressé aux avantages qu'on obtient en examinant *la tendance à la rupture fragile à l'aide d'appareils à équipement électronique* (5). Même si le but de ces travaux était plutôt la mise au point de méthodes permettant de saisir les processus métallurgiques intervenant dans la rupture fragile, on peut quand même les ranger parmi les travaux discutés ici, vu qu'ils avaient pour objectif de trouver de bons critères caractérisant la tendance à la rupture fragile. A l'opposé des travaux discutés ci-dessus (1 à 4), on a enregistré dans ce cas non seulement les courbes effort-temps au cours de l'essai usuel ISO sur des éprouvettes à entaille en V ou à entailles aiguës, mais aussi pour les essais Pellini, Battelle et l'essai de traction par choc sur éprouvette entaillée. Les détails de la technique de mesure (5) étaient aussi différents de ceux appliqués pour les autres travaux (1 à 4). Les résultats obtenus ont mené aux conclusions suivantes :

On peut obtenir un enregistrement électronique des courbes effort-temps non seulement dans l'essai de résilience, mais aussi dans les autres modes d'essais dynamiques. De cette manière on arrive avec une technique d'essai plus simple à des critères qui sont bien définis pour tous les essais et particulièrement pour les essais sur grosses éprouvettes.

On peut déterminer la cristallinité en se basant sur la chute de l'effort dans les courbes effort-temps. Du reste, ces courbes permettent une analyse plus précise des résultats d'essais de rupture fragile, de sorte qu'on dispose ainsi de méthodes simples pour étudier le mécanisme de la rupture fragile. Des exemples de résultats caractéristiques de ces essais sont donnés aux figures 5 et 6.

L'essai de résilience permet à peu de frais une bonne distinction entre différentes nuances d'acier, mais il ne permet pas de prédire directement les possibilités d'emploi des aciers, par exemple quant à la température d'utilisation la plus basse pour un effort mécanique donné. A cet effet, on fait souvent des essais sur de grosses éprouvettes ayant l'épaisseur d'emploi et en soumettant l'acier à des efforts mécaniques correspondant à ceux qu'il devra subir en pratique (par exemple par l'essai Robertson) (6). On a étudié 26 coulées d'aciers effervescent, semi-calmé et calmé, allant de l'A 37 à l'A 52, ce dernier acier pouvant contenir du niobium ou du vanadium. Les aciers se présentaient en épaisseurs de fabrication de 6 à 40 mm, et cela à l'état brut de laminage ou à l'état normalisé. Certains aciers ont subi un traitement thermique particulier au laboratoire, pour obtenir un éventail aussi large que possible des propriétés mécaniques. Les aciers ont été étudiés du point de vue de leur sensibilité à la rupture fragile au moyen d'éprouvettes ISO à entaille en V (3), d'éprouvettes à entaille pressée (4), au moyen d'essais Robertson (3) et Pellini (2), au moyen de l'essai Battelle (6) et au moyen de l'essai de traction par choc (1) (le nombre entre parenthèses indique dans chaque cas le nombre des critères qui ont été déduits des résultats avec le mode d'essai concerné). On a présenté les résultats dans un système de coordonnées avec un des critères en abscisse et un autre critère en ordonnée, les couples de valeurs correspondant pour chaque coulée au même stade de traitement étaient portés comme points de mesure (fig. 7 et 8). Les corrélations calculées sont indiquées dans le tableau 1 annexé.

En plus de cette appréciation des résultats, on a calculé aussi les corrélations en inverses des températures absolues de transition (fig. 9). Les conclusions de l'ensemble des résultats sont les suivantes :

- 1) pour un essai donné, il existe une relation très nette entre les critères utilisés habituellement (basés sur le pourcentage de cristallinité ou l'énergie de rupture);
- 2) pour des procédés d'essai différents, il existe des relations linéaires entre les divers critères;
- 3) comme la pente des droites de régression diffère de 45°, la différence entre les températures de transition déterminées par les différents essais n'est pas constante;
- 4) le fait que la pente des droites de régression diffère de 45° explique que la résilience d'éprouvettes ISO à entaille en V à une température de transition donnée par un essai se modifie avec cette température de transition, et cela indépendamment de la résistance mécanique de l'acier étudié;

5) en calculant les corrélations à partir de l'inverse de la température absolue, on obtient la possibilité de classer les différents modes d'essai, suivant leur réponse à l'initiation de la fissure et à la propagation de fissure. Il s'agit d'autant plus d'un critère de pure propagation de la fissure que la pente des droites de régression est faible (fig. 9).

La constatation, que la bonne concordance entre les différentes températures de transition justifie l'utilisation des critères les plus simples pour établir le classement des différents aciers, suivant leur sensibilité à la rupture fragile, est essentielle.

Quant à cette dernière constatation, il y a lieu de dire qu'une autre étude (7) a mené approximativement aux mêmes résultats, sans qu'on en ait tiré des conclusions aussi optimistes.

Un problème semblable à celui qui a été traité dans l'étude discutée ci-dessus, a fait l'objet de recherches au Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf (8) (9), mais de manière plus restreinte, en n'établissant le rapport qu'avec l'essai Robertson. Pour cette méthode d'essai, on emploie de grosses éprouvettes, qui, à l'opposé de ce qui est vrai pour les éprouvettes entaillées habituelles pour l'essai de résilience, représentent le matériau essayé dans toute son épaisseur et ressemblent donc à l'élément de construction envisagé; pour cet essai, l'effort, auquel l'éprouvette est soumise, est défini avec précision et il est une fraction déterminée de la limite d'élasticité. C'est pourquoi on est enclin à considérer ces éprouvettes comme éprouvettes standard pour l'examen de la sensibilité à la rupture fragile de l'acier. Mais comme l'essai selon Robertson est très coûteux, on a examiné, comme au cours de l'étude discutée plus haut, s'il y a un *rapport entre la température d'arrêt de propagation de la fissure déterminée à l'aide de l'essai Robertson et les températures de transition déterminées à l'aide des essais de résilience usuels*. On a examiné des tôles de 20, 40 et 55 mm d'épaisseur provenant des aciers U St 37-1 (A), U St 37-2 (B), R St 37-2 (C), St 37-3 (D) et St-52-3 (E). L'essai Robertson fut effectué en gradient de température et en essai isotherme. Dans les essais au choc sur éprouvette entaillée on utilisa des éprouvettes DVM, des éprouvettes ISO à entaille en V et des éprouvettes à entaille pressée, en outre on utilisa dans les essais une large éprouvette spéciale. En plus, on choisit pour les températures de transition les éprouvettes avec lesquelles :

- 1) la résilience est de 3,5 kgm/cm² (T₁);
- 2) la résilience est tombée jusqu'à 50 % de la valeur du niveau ductile (T₂);
- 3) celles avec lesquelles la surface de cassure présente 50 % de cassure cristalline (T₃).

La comparaison des valeurs a donné ce qui suit.

Si on porte les couples de valeurs de même nature pour chaque acier comme points de mesure, dans un système de coordonnées, avec la température d'arrêt Robertson comme abscisse et la température de la résilience comme ordonnée, ces points se trouvent, pour tous les aciers, à l'intérieur d'une bande de dispersion de ± 30 °C de part et d'autre de la droite à 45°. La bande de dispersion est la plus étroite pour les couples de valeurs suivants : température d'arrêt isotherme Robertson mesurée sur une tôle de 20 mm d'épaisseur — température de transition mesurée sur des éprouvettes à entaille aiguë (aspect de la cassure). Selon les résultats de ces essais, il semble possible de prédire pour des éprouvettes de 20 mm d'épaisseur avec une précision de ± 15 °C la température isotherme d'arrêt de propagation de la fissure, en se basant sur les valeurs mesurées sur des éprouvettes à entaille aiguë. Il est, par ailleurs, intéressant de noter que les points de mesure pour les aciers calmés et spécialement calmés se situent à proximité de la droite à 45°, tandis que les points de mesure pour les deux aciers effervescents se situent à la limite supérieure de la bande de dispersion (fig. 10).

Il est vrai que l'abondante documentation publiée (6) (7) ne laisse que peu d'espoir d'établir une corrélation, d'une validité générale pour toutes les nuances d'acier, entre les résultats des essais d'après Robertson et ceux des essais de résilience usuels. Mais on devrait quand même essayer de placer sur une base plus large les rapports trouvés ici entre les résultats

de l'essai Robertson et les essais de résilience sur éprouvettes à entailles aiguës, d'autant plus que l'IRSID a aussi tiré des conclusions optimistes des résultats de ses travaux concernant cette question (voir plus haut) (6).

La triaxialité des contraintes est prépondérante pour le comportement de rupture fragile au regard de la température et de la vitesse de contrainte. Dans les recherches habituelles, la triaxialité est produite au moyen d'entailles. La triaxialité est cependant souvent difficile à définir dans des éprouvettes entaillées. Les résultats les plus clairs sont obtenus sur des éprouvettes creuses, qui sont soumises à un effort de traction et à une pression intérieure. Ce procédé ne convient pas pour les essais de routine, il a été néanmoins utilisé avec succès pour les recherches fondamentales sur le comportement de la rupture fragile. Sous cet angle, des essais ont aussi été réalisés au Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf (10).

Des essais avec une pression intérieure ont démontré une augmentation de la ténacité à l'état de contrainte biaxiale, avec la baisse de la température. Comme on s'y attendait, la capacité de déformation diminue en même temps, de longues fissures se forment dans le cas limite : elles s'étendent jusque dans les extrémités renforcées. Il en résulte un nouveau procédé pour déterminer les contraintes pour la propagation des fissures. Les éprouvettes pour la pression intérieure furent pourvues d'un long cône de transition (fig. 11) et on a examiné dans quelles conditions les fissures dans la partie cylindrique au milieu se propagent jusque dans le cône et sous quels efforts elles s'arrêtent. Comme caractéristique, on a pris le rapport des efforts à l'arrêt de la fissure aux efforts à l'amorçage de la fissure (résistance à la rupture par traction), rapport qui a été examiné pour diverses nuances d'acier en fonction de la température et en fonction du rapport entre les efforts principaux moyen et maximal, donc en fonction du rapport de la contrainte tangentielle à la contrainte longitudinale. La figure 12 fait voir les résultats de mesures obtenus pour le rapport $\sigma_{tang.}/\sigma_{long.} = 1,03$.

Lorsqu'on apprécie les aciers d'après le rapport des efforts $\sigma_{tang.}/\sigma_{long.}$ on obtient un ordre conforme à celui établi d'après les températures de transition à l'essai de résilience. Cependant la température limite, à laquelle on observa encore une continuation des fissures dans des parties sollicitées plus faiblement, est plus élevée que la température de transition de l'essai au choc sur barreau entaillé. Les procédés pour déterminer la température de détection de fissures sont par conséquent complétés ici par un procédé qui permet de mesurer les contraintes au point d'arrêt de la fissure. Le procédé est très coûteux. On pourra l'utiliser, plus pour des recherches fondamentales que pour des recherches sur la possibilité d'utilisation d'aciers ou de choix d'acier déterminés.

2. CARACTÉRISTIQUES DE LA SENSIBILITÉ A LA RUPTURE FRAGILE DES PRODUITS DE FAIBLE ÉPAISSEUR

Lorsqu'on réalise des essais de rupture fragile d'acier sur des éprouvettes de résilience entaillées, il se pose toujours la question *s'il est possible d'examiner ainsi les produits de faible épaisseur*, c'est-à-dire d'une épaisseur inférieure à la largeur des éprouvettes de résilience usuelles (10 mm). C'est pourquoi on a étudié au Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf, dans quelle mesure un examen de rupture fragile judicieux est possible avec des éprouvettes entaillées, dont l'épaisseur est égale à l'épaisseur du produit (11).

On examina les aciers U St 37-1, R St 37-1, R St 37-2 et R St 37-3; ils ne se présentaient pas, bien entendu, sous forme de produits d'épaisseurs différentes (dans une même coulée), mais chaque fois en larges de 15 mm d'épaisseur : on réduisit les épaisseurs à 10, 8, 6, 4 et 3 mm par laminage. Des grosseurs de grain différentes furent obtenues en choisissant quatre températures finales de laminage, comprises entre 810 et 1 070 °C. On contrôla ces matériaux avec des

éprouvettes entaillées analogues à l'éprouvette ISO à entaille en V; leur épaisseur fut choisie égale à l'épaisseur du laminé au lieu de l'épaisseur de 10 mm prescrite. Le reste des dimensions normalisées n'était pas modifié.

Les résultats les plus importants furent les suivants :

- 1) les courbes résilience-température montraient même pour les plus petites épaisseurs examinées un niveau élevé, une zone de transition et un niveau bas;
- 2) les courbes résilience-température étaient d'autant plus décalées vers les températures élevées, que la grosseur de grain était plus grande;
- 3) les courbes résilience-température étaient d'autant plus décalées vers les basses températures, que l'épaisseur des éprouvettes était plus petite, le niveau supérieur était en même temps abaissé.

Pour obtenir une mesure du décalage, on compara des éprouvettes de même structure cristalline, cependant que, naturellement, la température finale de laminage était un peu différente suivant l'épaisseur. On obtint dans ce cas une variation à peu près linéaire de la température de transition en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette, d'où la définition de la température de transition comme la température à laquelle la résilience est tombée à 50 % de la valeur dans le niveau supérieur. La pente de la droite et la zone de température qu'elle traverse sont déterminées par le genre d'acier (voir fig. 13).

Les produits laminés avec des épaisseurs inférieures à 10 mm peuvent être ainsi contrôlés pour la tendance à la rupture fragile à l'aide d'éprouvettes ISO à entaille en V, avec une épaisseur d'éprouvette diminuée en conséquence; cependant la température de transition demandée est à choisir plus basse que celle prescrite pour les éprouvettes normalisées.

Il faudrait examiner, si l'on doit effectuer des recherches supplémentaires, la possibilité d'établir statistiquement des droites de compensation comme celles qui ont été représentées pour les nuances d'acier normalisées courantes.

3. FRAGILISATION PAR LA DÉFORMATION A FROID ET PAR LE VIEILLISSEMENT : SON EXAMEN

Au Centro sperimentale metallurgico à Rome, on s'est occupé de développer une éprouvette de traction, avec laquelle l'effet d'une déformation à froid et d'un vieillissement peut être décelé de façon particulièrement nette (12) (13). On arriva finalement à une éprouvette avec une section carrée et une épaisseur égale à celle du produit à étudier, qui est pourvue d'une entaille avec des surfaces parallèles. La profondeur de l'entaille est égale au quart de l'épaisseur, le rayon au fond de l'entaille est + 0,15 mm (fig. 14). L'éprouvette est déformée à 250 °C sous une force un peu inférieure à la force nécessaire pour produire une fissure dans le fond de l'entaille. L'éprouvette est ensuite redressée et finalement soumise à des efforts alternés jusqu'à formation d'une fissure.

L'essai de traction a été effectué à différentes températures avec de telles éprouvettes : on a mesuré en même temps, entre autres, les grandeurs suivantes en fonction de la température et on a tracé les courbes correspondantes :

Courbe 1 – celle de la force correspondant à la limite d'élasticité (F_{sg}).

Courbe 2 – celle de la force au moment de la rupture, en distinguant si la courbe force-allongement présente (F_{max}) ou ne présente pas (F_u) un maximum.

Courbe 3 – courbe du pourcentage de cristallinité (C_r).

Courbe 4 – l'ouverture δ au fond de l'entaille mesurée au début de la rupture.

On en a déduit deux températures caractéristiques des courbes (fig. 15) :

- 1) la température de rupture fragile (TDN), que l'on obtient de l'intersection de la courbe 1, qui croît lorsque la température diminue, avec la courbe 2, qui décroît;
- 2) la température de transition pour la propagation de la rupture (T_p), qui coïncide avec la température de transition de l'aspect de rupture ductile à l'aspect de rupture fragile.

Ces températures caractéristiques pour un acier, correspondent très exactement à l'état du matériau au fond de l'entaille, de sorte qu'il est possible d'étudier l'effet de différents traitements industriels sur la tendance à la rupture fragile, en traitant de la même façon au préalable le fond de l'entaille.

Les essais furent effectués sur diverses nuances d'acier. Cependant nous ne discuterons pas ici les détails des résultats, étant donné que le centre de l'intérêt que présentent ces travaux est la mise au point du procédé, mais non pas l'appréciation des différentes nuances d'acier.

On traite en détail dans l'étude la façon dont on peut prédire, en connaissant les deux températures caractéristiques TDN et T_p , le comportement vis-à-vis de la rupture fragile d'éléments de construction soudés, selon la température en service. On y indique en même temps qu'il est possible, à l'aide d'un simple relevé des courbes de rupture à la traction, d'établir avec les éprouvettes préparées suivant les indications précédentes si l'on se trouve à la température d'essai (que l'on peut choisir égale à la température en service prévue) dans la zone de température en dessous de TDN, entre TDN et T_p ou au-dessus de T_p (fig. 16).

A l'Institut de recherches de la sidérurgie française (IRSID) à Saint-Germain-en-Laye, on a tout d'abord recherché une *méthode d'essai* dans le but de pouvoir *caractériser le vieillissement après écrouissage* (14). On a utilisé dans cette étude l'essai de traction à chaud, la dureté à chaud, l'essai de traction à la température ambiante (dans un premier stade l'éprouvette est déformée plastiquement d'une certaine quantité — de 10 % en général — puis déchargée et vieillie artificiellement à différentes températures et ensuite rechargée dans un dernier stade), à l'essai de résilience avec détermination de la température de transition et à quelques autres modes d'essai, comme l'essai de pliage-dépliage par exemple. On a utilisé différents critères avec chaque type d'essai : avec l'essai de traction à chaud par exemple, on a considéré la différence entre la résistance à la traction la plus élevée et la plus basse ($R_{max}-R_{min}$), tirées de la courbe de la résistance à la traction en fonction de la température d'essai (fig. 17). Dans l'essai de traction à la température ambiante, on utilisa par exemple comme critère la différence entre la charge à la limite d'élasticité après vieillissement et la charge pour atteindre la prédéformation (de 10 % par exemple), rapportée à cette charge ($\Delta P/P$) (fig. 18). On conclut des résultats obtenus qu'il est difficile d'obtenir une relation générale entre les différents critères et qu'il est recommandable, eu égard à la plus grande précision de l'essai de traction, d'utiliser ce mode d'essai pour l'étude du vieillissement après écrouissage; le mieux probablement est d'utiliser $\Delta P/P$, comme cela résulte des essais suivants.

En utilisant les procédés d'essai éprouvés ainsi, on étudia l'influence de la composition chimique et du traitement thermique sur le vieillissement après écrouissage de différents aciers. On a étudié dans ce travail des aciers A 37 effervescents avec différentes teneurs en azote, des aciers A 42 semi-calmés, calmés silicium et calmés silicium-aluminium, ainsi que des aciers A 52 calmés silicium-aluminium, certains avec des additions de niobium et de vanadium, ou avec 0,65 % Ni.

Les figures 19 à 21 contiennent des exemples des résultats de ces essais.

On considère généralement des taux de déformation de 5 ou 10 % dans les recherches sur la fragilisation par écrouissage à froid et vieillissement. L'influence de taux de déformation plus faibles sur la fragilisation est aussi très intéressante au point de vue du traitement industriel. Le Max-Planck-Institut für Eisenforschung à Düsseldorf a effectué à cet effet des recherches (15) dans lesquelles des éprouvettes en U en aciers St 37-1 (T), St 37-1 (M), St 37-1 (T,

semi-calmé), R St 37-2, St 37-3 et St 52-3 furent essayées, et cela après écrouissage à froid de 5, 3, 2, 1 et 0,5 % ainsi qu'après la même déformation à froid suivie d'un vieillissement artificiel (300 °C, 1 h) ou d'un vieillissement naturel (20 °C, 5 000 h).

Vis-à-vis de l'état normalisé, les courbes de la résilience en fonction de la température sont déjà décalées vers des températures plus élevées après déformation à froid et 0,5 %. Ce décalage augmente lorsque l'écrouissage augmente; le niveau ductile baisse en même temps à des valeurs plus faibles.

Pendant le vieillissement les courbes température-résilience se décalent aussi, après de petites déformations à froid allant jusqu'à 5 %, vers des températures encore plus élevées; le vieillissement artificiel agit en outre plus fortement que le vieillissement naturel. Le vieillissement naturel intervient déjà au bout de très peu de temps. La figure 22 représente quelques résultats.

Il paraît judicieux de compléter ces recherches, pour étudier, si et dans quelle mesure le décalage des courbes résilience-température produit par déformation à froid ou par déformation à froid et vieillissement, et par là de la température de transition, peut être inversé par un recuit de détente.

4. RECHERCHES FONDAMENTALES SUR LA TENDANCE A LA RUPTURE FRAGILE

Pour ses travaux sur les principes de la rupture fragile, le Centre national de recherches métallurgiques de Liège a pris comme base des études sur les processus *physico-métallurgiques qui ont lieu lors de la déformation et de la rupture*. Le centre d'intérêt de ces travaux de recherche était l'étude de la microplasticité de l'acier (16). Les essais, effectués avec une vitesse de charge constante, conduisirent à la définition de deux grandeurs de tension caractéristiques : σ_0 , après son dépassement les microdéformations augmentent suivant une loi linéaire; σ_1 , après son dépassement les microdéformations augmentent suivant une loi parabolique (fig. 23). Les deux grandeurs dépendent de la densité des dislocations, de la grosseur de grain et d'autres propriétés du matériau. Les résultats permettent de mieux comprendre la courbe habituelle force-allongement obtenue dans l'essai de traction, en particulier les limites d'allongement inférieure et supérieure et le durcissement. Les relations calculées en se basant sur les résultats d'essai concordent bien avec les valeurs obtenues expérimentalement.

Dans une étude ultérieure, on a soumis des éprouvettes entaillées à des chocs, avec une énergie assez faible pour déformer les éprouvettes, sans les rompre (17). Les résultats ont fourni des informations sur la limite d'élasticité avec de grandes vitesses de charge. Des recherches fondamentales sur le processus de rupture sont aussi possibles avec ce procédé d'essai.

Les essais sur la formation de germes de fissure lors de la déformation plastique de l'acier étaient plus théoriques (18). On est arrivé à la conclusion que le passage de la rupture ductile à la rupture fragile est essentiellement conditionné par le dépassement d'une valeur critique de la densité des germes de fissure. En rapport avec cela, on s'est occupé aussi du mécanisme de la migration des dislocations dans le fer. Dans les conditions de la recherche, il n'y a manifestement qu'un processus susceptible d'être activé thermiquement, qui est lié vraisemblablement à la résistance, exercée par les forces de Peierls-Nabarro à l'encontre des dislocations.

Comme point de départ des travaux de recherches fondamentales, l'Institut de recherches de la sidérurgie française à Saint-Germain-en-Laye s'est attaché à établir une *méthode d'essai propre à saisir les processus métallurgiques au cours de la rupture fragile*, et plus particulièrement, on a examiné dans quelle mesure l'essai de traction par choc se prête à ces recherches fondamentales. Au cours de ces travaux, une éprouvette à deux sections a été mise au point; elle présente une section lisse et une section entaillée (voir fig. 24). L'éprouvette est soumise au choc à différentes températures. Le dispositif d'essai utilisé à cette fin est montré à la figure 25.

Cet appareil permet d'effectuer les mesures les plus diverses, mais même sans mesurer, on peut très simplement déterminer une température de transition, selon que la rupture a lieu dans la partie lisse ou dans la section entaillée. Ce type d'essai est manifestement utile pour étudier le mécanisme de l'amorçage de la rupture et l'influence de différentes formes d'entaille. Il semble aussi possible d'effectuer des essais métallurgiques pour étudier, par exemple, l'influence de la grosseur de grain et du vieillissement après écrouissage sur la fragilisation.

L'Institut für Metallkunde der Technischen Universität de Berlin a traité essentiellement deux problèmes comme base des considérations sur *l'influence du phosphore sur la tendance à la rupture fragile de l'acier* (19) :

- 1) détermination des courbes de solubilité du phosphore dans le fer en fonction de la température et influence du silicium et du carbone sur la solubilité;
- 2) étude de la structure de solidification et des phénomènes de ségrégation en particulier dans des alliages fer-carbone-phosphore et études des possibilités de la réduire par déformation et traitement thermique.

Citons les résultats suivants.

A partir des courbes de solubilité du phosphore dans le fer, mesurées pour des températures de 1 000 à 600 °C, on a calculé une solubilité de seulement 1.10^{-5} % P pour la température ambiante, une solubilité de 4.10^{-3} % P environ à 200 °C et de $2,5.10^{-2}$ % P environ à 300 °C. La solubilité du phosphore n'est pas influencée par le carbone dissous, elle est un peu diminuée par le silicium.

Les alliages fer-carbone-phosphore ont une forte tendance à la solidification dendritique; cette tendance augmente avec la teneur en carbone et en phosphore (fig. 26), et cela aussi bien si la solidification est rapide que si elle est lente. L'importance de la ségrégation du phosphore dépend dans une large mesure de la teneur en carbone et dans un moindre degré de la teneur en phosphore et de la vitesse de solidification. Ceci est mis en évidence sur la figure 27 qui indique les concentrations maximale et minimale en phosphore dans différentes conditions de solidification. Dans cette figure C_M signifie la concentration de l'élément ségrégué dans le domaine du bain résiduel et c_m celle dans le tronc dendritique, de sorte que C_M/c_m est une mesure de la ségrégation. Si on fait un recuit pour compenser les différences de ségrégation, l'influence du rapport de la teneur en carbone à la teneur en phosphore sur la durée de recuit nécessaire augmente lorsque la température de recuit diminue; en même temps la compensation se fait plus vite si la teneur en carbone croît, la teneur en phosphore étant constante. L'influence d'une déformation à froid sur la durée du recuit se fait plus fortement sentir aux basses températures de recuit (voir fig. 28).

On tire les conclusions suivantes de l'ensemble des résultats d'essai sur l'influence de la teneur en phosphore sur la tendance à la rupture fragile de l'acier.

Une solidification dendritique et les ségrégations qui lui sont liées doivent être évitées, si la tendance à la rupture fragile doit être faible. Il résulte des mesures, que pour cela la teneur en phosphore dans l'acier ne doit pas dépasser 0,02 %, cette valeur limite étant tout à fait indépendante de la teneur en carbone. La ferrite est en effet visiblement solidifiée avec des teneurs en phosphore inférieures à 0,02 %; néanmoins il ne faut pas craindre qu'un enrichissement en phosphore favorise la rupture fragile sur les bords des cristallites de ferrite. En effet, d'éventuels recuits dans le domaine à deux phases $\alpha + \gamma$, même s'ils sont entrepris à 800 °C, ne conduisent pas à des différences de concentration du phosphore dangereuses, dans la solution solide de ferrite et dans la solution solide d'austénite. Les solutions solides de ferrite présentes après refroidissement, déjà présentées comme telles à 800 °C, ont une teneur en phosphore à peine supérieure de plus de 0,03 % à celle de la ferrite, qui se forme à partir de l'austénite lors du refroidissement. La teneur en phosphore de cette ferrite restant inaltérée, elle est en effet d'autant plus élevée que la teneur en carbone est plus élevée. Elle atteint exceptionnellement 0,05 % P environ.

Si l'on admet que la valeur limite de 0,02 % P indiquée est dépassée dans de nombreux cas, allant jusqu'à 0,05 % P par exemple, il faut aussi compter sur une plus forte tendance à la rupture fragile avec une répartition plus homogène du phosphore dans la ferrite, en supposant encore une mise en solution complète. Cela est surtout le cas avec des teneurs en carbone de plus de 0,1 % parce qu'alors des enrichissements en phosphore locaux, avec plus de 0,2 % peuvent se présenter par suite de la solidification dendritique attendue et de la ségrégation du phosphore qui progresse par ce moyen. Cela s'applique avant tout aux cordons de soudure et aux zones voisines, dans la mesure où celles-ci ont été fondues.

La teneur limite du phosphore est encore un peu plus basse en présence de silicium. Cependant une teneur de 0,01 % P, de 0,015 % P tout au plus, pourrait maintenir faible la tendance à la rupture fragile, dans la mesure où elle est provoquée par le phosphore.

Les résultats décrits jusqu'ici reposaient sur le fait que la totalité du phosphore était dissoute dans la ferrite. Mais si la limite de solubilité à la température ambiante est de 1.10^{-5} % P environ, comme cela fut indiqué plus haut, une solution solide de ferrite est fortement sursaturée avec 0,01 à 0,02 % P; il devrait y avoir alors précipitation de phosphore de fer. Des précipitations se développent en plus de la formation de germes et de leur croissance, deux phénomènes qui ne peuvent se poursuivre que si une diffusion des atomes de phosphore est possible. A partir des mesures obtenues dans le cadre de l'étude, on peut calculer le coefficient de diffusion qui est d'environ 10^{-36} cm²/s à la température ambiante, de $1,3.10^{-19}$ cm²/s à 300 °C et de $7,1.10^{-12}$ cm²/s à 700 °C. Il résulte de ces chiffres qu'en principe il ne faut pas compter sur des phénomènes de diffusion sensibles et par conséquent s'attendre à des précipitations en dessous de 300 °C à 400 °C.

Comme conclusion générale, on peut dire qu'il ne paraît pas nécessaire de faire d'autres recherches dans la même direction après l'achèvement de ce travail.

RÉSUMÉ

Dans la première partie des recherches demandées par la Commission de la CECA sur les propriétés d'utilisation des aciers, quatre points concernant la question de la sensibilité à la rupture fragile ont été traités :

- 1) critères généraux pour caractériser la sensibilité à la rupture fragile;
- 2) caractérisation de la sensibilité à la rupture fragile avec des produits de faible épaisseur;
- 3) fragilisation par déformation à froid et vieillissement ainsi que sa vérification;
- 4) recherches fondamentales sur la tendance à la rupture fragile.

Ad 1) Critères généraux pour caractériser la sensibilité à la rupture fragile

Une partie des recherches s'occupa de la question de savoir s'il est possible de rendre l'essai de résilience, dont l'avantage est d'être peu coûteux, aussi riche d'informations pour apprécier la tendance à la rupture fragile des aciers et des éléments de construction, que d'autres méthodes d'essai plus coûteuses. On a en particulier étudié la possibilité d'effectuer l'essai de résilience avec des appareils équipés électroniquement pour pouvoir relever des courbes force-flexion et force-temps. On peut évidemment déduire des critères de rupture fragile de l'exploitation des résultats obtenus; ces critères l'emportent d'une certaine manière sur les températures de transition tirées des courbes habituelles résilience-température, bien qu'aucun progrès fondamental n'en soit résulté sous ce rapport. Un avantage des essais effectués avec un appareil instrumenté réside dans le fait qu'il paraît possible, à partir des courbes enregistrées, de déterminer de façon plus simple et sans facteur subjectif, la part de rupture tenace et la part de rupture fragile sur la cassure. Du reste, il a été prouvé aussi, qu'en utilisant des appareils instrumentés, on peut améliorer non seulement les informations que l'on peut tirer des essais de choc sur éprouvettes entaillées, mais aussi celles que l'on obtient au cours d'essais sur des éprouvettes industrielles (par exemple des éprouvettes Pellini et des éprouvettes Battelle). L'exploitation des courbes obtenues avec des appareils instrumentés permet un meilleur aperçu des phénomènes de rupture que le simple essai de résilience, de sorte que les appareils instrumentés peuvent être regardés comme convenant parfaitement pour les recherches métallurgiques, scientifiques dans ce domaine (par exemple séparation des influences d'une déformation à froid et d'un échauffement lors du vieillissement artificiel).

Au cours des travaux effectués avec le mouton instrumenté, on est parvenu partiellement à obtenir dans des conditions déterminées une relation entre les nouveaux critères et la température d'arrêt Robertson, qui doit être considérée comme un critère très significatif. On y est d'ailleurs aussi parvenu, bien que dans d'étroites limites seulement, dans un autre institut où l'on a utilisé l'essai de résilience usuel. On a constaté qu'il existe une corrélation entre la température d'arrêt Robertson et la température de transition déterminée d'après l'aspect de la cassure d'éprouvettes à entailles aiguës.

D'une manière très générale et complète, la question des relations entre différents critères de la rupture fragile a été examinée dans une autre étude, où on a analysé pour une série d'aciers les relations existant entre les différentes températures de transition obtenues par des essais sur des éprouvettes à entailles aiguës et des éprouvettes ISO à entailles en V et entre ces températures d'une part et les valeurs caractéristiques obtenues par des essais Pellini, Robertson et Battelle et par l'essai de traction par choc, d'autre part. On est parvenu au résultat que les corrélations obtenues sont suffisamment sûres, si bien que les aciers peuvent être rangés dans un même ordre de sensibilité à la rupture fragile à l'aide de ces différents essais.

Il faut cependant constater en général au sujet de cette question complexe que les relations ne pourront être établies avec une certaine fiabilité que si les différentes méthodes d'essai et les critères appliqués mesurent approximativement la même propriété.

Les éprouvettes de résilience à entaille aiguë semblable à une fissure, permettent pour l'essentiel d'apprécier la faculté de l'acier essayé de freiner la propagation d'une fissure; les critères obtenus par des essais sur des éprouvettes de ce genre concordent en général bien avec la température d'arrêt Robertson. Les éprouvettes de résilience avec une entaille moins aiguë renseignent principalement sur la résistance de l'acier à l'initiation d'une rupture fragile; mais les critères obtenus par les essais sur de telles éprouvettes ne concorderont guère avec les résultats de l'essai Robertson. Il faudrait en tenir compte si on envisage de continuer ces essais comparatifs.

Une autre étude avait pour objet l'élaboration d'un nouveau critère de rupture fragile sur la base d'éprouvettes qui, à l'opposé des éprouvettes utilisées d'ordinaire, permettent d'établir un état de contrainte triaxial bien défini. On a employé des éprouvettes creuses qui furent soumises à des efforts de traction et à une pression intérieure. Ce type d'essai est coûteux; il est indiqué pour les recherches fondamentales, mais il ne se répandra pas pour déterminer la tendance à la rupture fragile en tant que propriété d'emploi des aciers.

Ad 2) Caractéristiques de la sensibilité à la rupture fragile des produits de faible épaisseur

On a effectué des recherches en essayant des éprouvettes ISO à entaille en V d'une épaisseur réduite à 3 mm en fonction de la température. Les températures de transition relevées sur les courbes enregistrées baissent presque linéairement avec la diminution de la largeur des éprouvettes. La pente de la droite varie cependant en fonction de la nuance d'acier. Il pourrait être utile de calculer statistiquement la valeur de ces droites pour les nuances courantes d'acier si bien qu'on puisse indiquer dans les normes les valeurs à appliquer pour l'abaissement de la température de transition dans le cas des éprouvettes d'une épaisseur inférieure à 10 mm.

Ad 3) Fragilisation par la déformation à froid et le vieillissement

Les différents instituts se sont engagés dans des voies diverses pour ces études.

Dans un institut, on a mis au point une nouvelle éprouvette qui serait susceptible de répondre particulièrement bien aux effets qu'un traitement donné (déformation à froid, vieillissement ou autres types de traitement, par exemple les séquences température-temps au soudage, éventuellement suivies d'un recuit de détente) exerce sur la tendance à la rupture fragile d'un acier. Il s'agit d'une éprouvette de traction à entaille unilatérale et à section carrée, correspondant à l'épaisseur du produit qu'il s'agit d'essayer. On fait subir au fond de l'entaille le traitement qui doit être appliqué en pratique. On essaye plusieurs éprouvettes à des températures décroissantes. Des courbes ainsi obtenues, on déduit deux critères (deux températures caractéristiques) qui, à ce qu'il paraît, réagissent avec une grande précision aux modifications de l'état du matériau (par exemple à l'écroutissage). Ces critères sont du reste manifestement utiles pour prédire le comportement des éléments de construction soudés à l'égard de la rupture fragile. Pour les recherches fondamentales, ce type d'essai est évidemment bien utile. Dans un sens, cette étude appartient au sujet 1 — critères de la rupture fragile.

La fragilisation par la déformation à froid et par le vieillissement a été traitée de manière approfondie dans une étude où l'on a apprécié les différentes méthodes d'essai à envisager et où on a, en outre, examiné comment la composition chimique et le traitement thermique influent sur la tendance au vieillissement de différents aciers. Parmi les méthodes d'essai, on a tenu compte de l'essai de traction à chaud, de la mesure de la dureté à chaud, de l'essai de traction à la température ambiante (modification de la courbe force-allongement après déformation préliminaire et vieillissement artificiel), de l'essai de résilience (variation de la température de transition par le vieillissement). On tire des résultats obtenus la conclusion que l'essai de traction donne les résultats les plus précis. C'est aussi cet essai qui a été utilisé pour l'essentiel au cours des recherches ultérieures, dont les résultats mènent à la conclusion qu'il est vrai que l'azote et les éléments qui le lient exercent une influence déterminante sur la sensibilité au vieillissement des aciers, mais que d'autres paramètres (séquences temps-température, transformation γ - α) jouent également un rôle important.

Dans une autre étude, on a examiné de combien les courbes résilience-température usuelles se décalent vers les températures plus élevées lorsqu'on soumet les éprouvettes à une faible déformation à froid (0,5 à 5 %) et en outre à un vieillissement artificiel ou naturel. Le résultat, selon lequel des déformations faibles mènent déjà à un décalage considérable des courbes (vers les températures plus élevées), donne lieu de poser la question s'il est possible d'inverser ce décalage par un simple traitement thermique, par exemple un recuit de détente.

Ad 4) Recherches fondamentales sur la tendance à la rupture fragile

Il était naturel que les divers instituts se soient engagés dans des voies très différentes pour leurs travaux. Dans un travail on est parti du fait qu'une analyse de la courbe force-allongement, reposant sur des bases de physique du métal, devrait fournir une contribution essentielle pour l'acquisition de connaissances sur le processus de la rupture fragile. C'est pour cette raison que l'on s'est occupé de la microplasticité de l'acier. Les résultats de l'étude permettent de mieux comprendre les limites d'élasticité inférieure et supérieure et la consolidation par écroutissage. On a obtenu en outre des indications sur la formation des germes de fissure lors de la déformation plastique de l'acier; les résultats ont conduit à la conclusion que le passage de la rupture ductile à la rupture fragile est conditionné essentiellement par le dépassement d'une valeur critique de la densité de germes de fissure.

Dans une autre étude on a cherché à trouver un procédé qui permettait de saisir les processus métallurgiques qui ont lieu à la rupture fragile. L'essai de traction par choc sur des éprouvettes à deux sections, l'une lisse et l'autre entaillée, s'est avéré très utile. Ce travail peut, dans une certaine mesure, aussi être pris en considération pour l'examen du point 1.

Enfin, on a étudié dans le cadre des recherches fondamentales l'influence du phosphore sur la sensibilité à la rupture fragile de l'acier. Comme base, on a déterminé la courbe de solubilité du phosphore dans le fer, en fonction de la température et des teneurs en carbone et en silicium, et on a étudié les ségrégations qui se produisent dans les alliages fer-carbone-phosphore. Une conclusion essentielle déduite de ces essais est qu'il faut, eu égard aux ségrégations, que la teneur en phosphore dans la composition du bain se situe au-dessous de 0,02 % lorsqu'on veut exclure des répercussions sur la sensibilité à la rupture fragile.

Équations des droites de régression obtenues en comparant divers critères de la rupture fragile

Corrélation	Résultat (1)	Coefficient de corrélation r	Nombre de couples de valeurs n
Robertson-Charpy V	$(\theta_s) = 17 + 0,64 (TK\ 3,5)$	0,90	56
Pellini-Charpy V	$(NDT) = -16 + 0,51 (TK\ 3,5)$	0,80	67
Schnadt-Charpy V	$(TK3) = 32 + 0,98 (TK\ 3,5)$	0,94	55
Battelle-Charpy V	$(Battelle) = 30 + 0,94 (TK\ 3,5)$	0,86	36
Traction par choc-Charpy V	$(T_s) = -72 + 1,24 (TK\ 3,5)$	0,68	115
Pellini-Robertson	$(NDT) = -29 + 0,84 (\theta_s)$	0,90	58
Battelle-Robertson	$(Battelle) = 10 + 1,29 (\theta_s)$	0,94	28
Schnadt-Robertson	$(TK3) = 3 + 1,31 (\theta_s)$	0,89	42

(1) Pour l'explication des abréviations, voir la figure 9.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) SCHMIDTMANN, E., MALL, H.P. : *Arch. Eisenhüttenwes.* 38 (1967), pp. 571-576.
- (2) SCHMIDTMANN, E., MALL, H.P. : *Stahl und Eisen* 89 (1969), pp. 304-321.
- (3) KRISCH, A., LAKSHMANAN, R. : *Arch. Eisenhüttenwes.* 41 (1970), pp. 91-95.
- (4) KRISCH, A., LAKSHMANAN, R. : *Arch. Eisenhüttenwes.* 41 (1970), pp. 1161-1168.
- (5) GRUMBACH, M., PRUDHOMME, M., SANZ, G. : *Rev. de Mét.*, avril 1969, pp. 271-281.
- (6) CHEVIET, A., GRUMBACH, M., PRUDHOMME, M., SANZ, G. : *Rev. de Mét.*, mars 1970, pp. 217-236.
- (7) HELLER, W., KREMER, K.J. : *Stahl und Eisen* 89 (1969), pp. 1005-1018.
- (8) KOCHENDÖRFER, A., KRISCH, A., HAGEDORN, K.E. : *Stahl und Eisen* 89 (1969), pp. 1156-1158.
- (9) HAGEDORN, K.E., KOCHENDÖRFER, A. : *Arch. Eisenhüttenwes.* 42 (1971), pp. 39-47.
- (10) Pas encore publié.
- (11) Voir à ce sujet aussi : KRISCH, A., HUSSMANN, W. : *Mater. Prüf.* 12 (1970), pp. 408-413.
- (12) BROZZO, P. : XIII Convegno nazionale AIM, Milan du 17 au 20 juin 1968.
- (13) BROZZO, P., VENZI, S. : Convegno componenti nucleari AIM, Rome du 4 au 6 mai 1970.
- (14) GRUMBACH, M., SANZ, G. : Le vieillissement après écrouissage des aciers CIT du CDS, n° 5, 1970, pp. 1285-1341.
- (15) Pas encore publié.
- (16) GOUZOU, J. : Publication CNRM, mai 1969.
- (17) GOUZOU, J. : CR Académie Sc. 261, (1965) 2651.
- (18) GOUZOU, J. : CNRM Metallurgical Reports, 7, 41, 1966.
- (19) KURZ, V., LÖHBERG, K., REIF, W. : *Arch. Eisenhüttenwes.* 42 (1971), pp. 122-123.

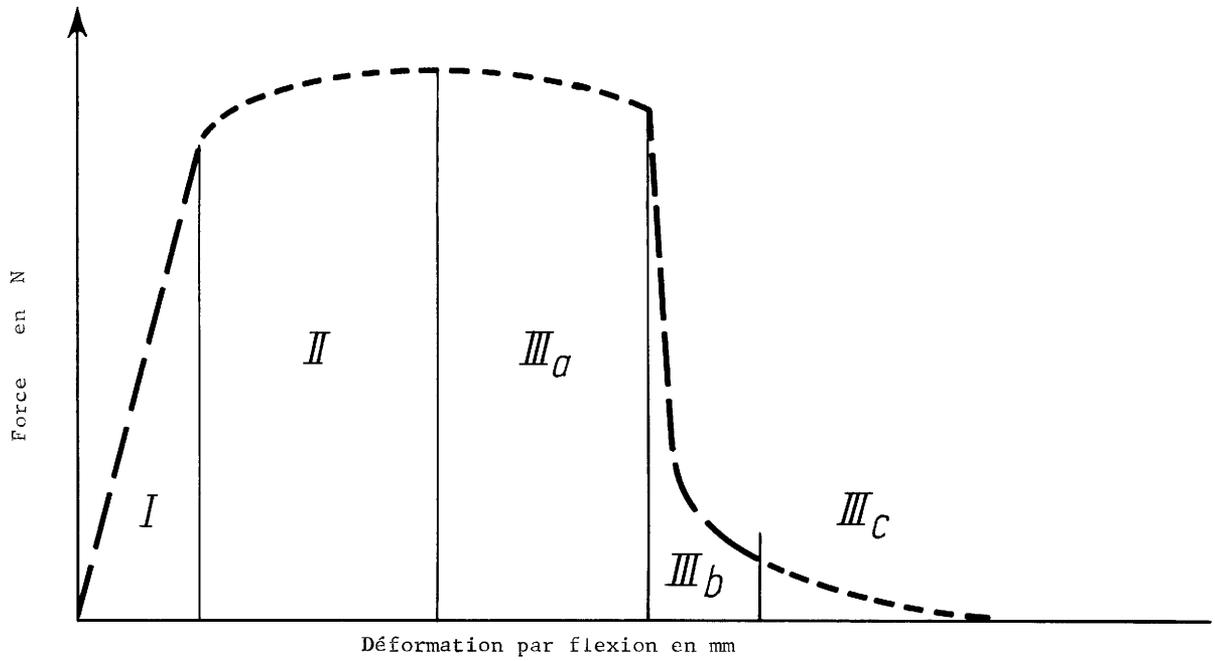


Fig. 1 - Diagramme force-déformation par flexion d'un acier non allié dans la zone de la rupture mixte (épreuve DVM).

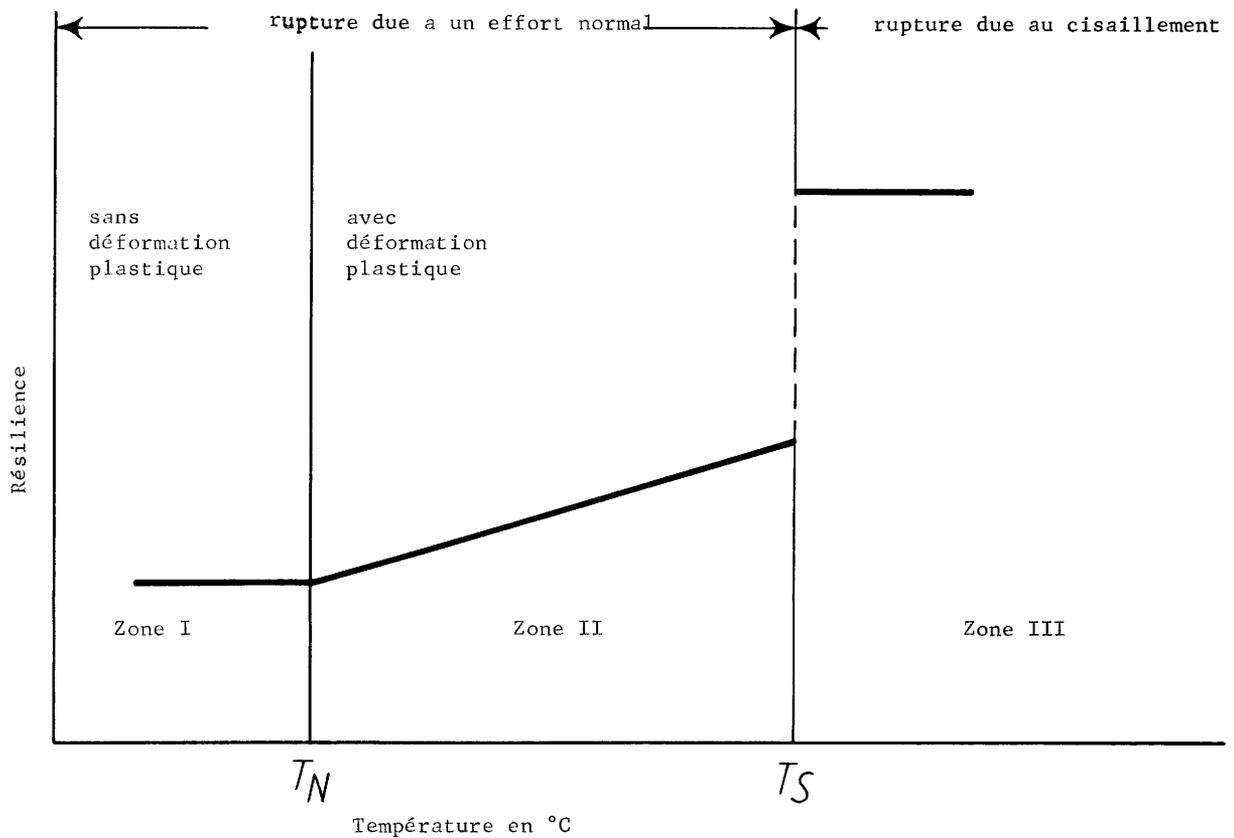


Fig. 2 - Courbe résilience-température (schématique) déduite des courbes force-déformation par flexion. L'état de contrainte et la vitesse de l'effort sont maintenus constants.

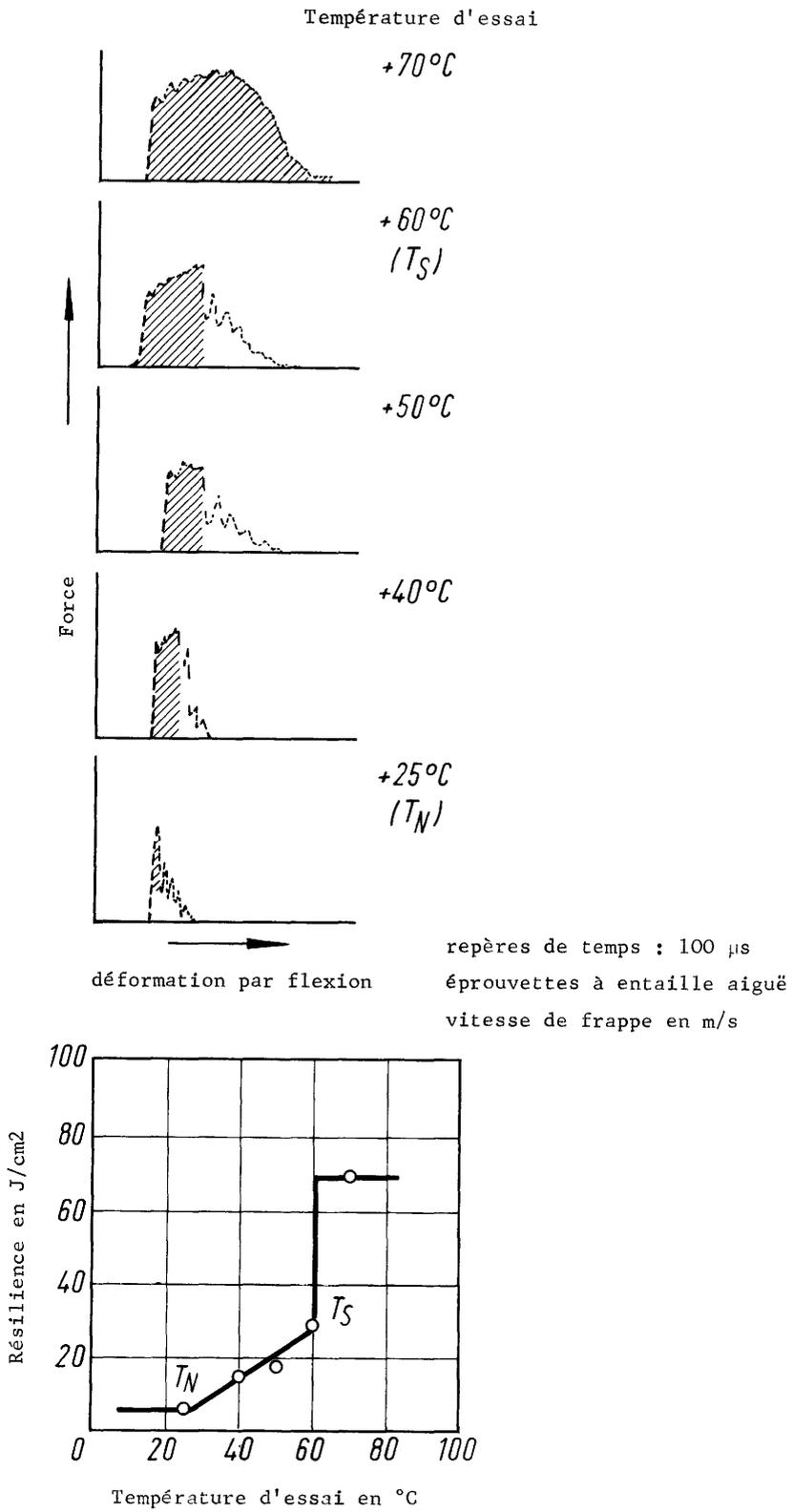


Fig. 3

Courbes force-déformation par flexion à différentes températures d'essai (en haut) et courbe résilience-température (en bas) déduite de ces courbes, pour un acier à teneur de 0,32 % C, 0,20 % Si, 0,63 % Mn, 0,02 % P, 0,02 % S et 0,006 % N après un séjour de 13,5 heures au four à 950° C.

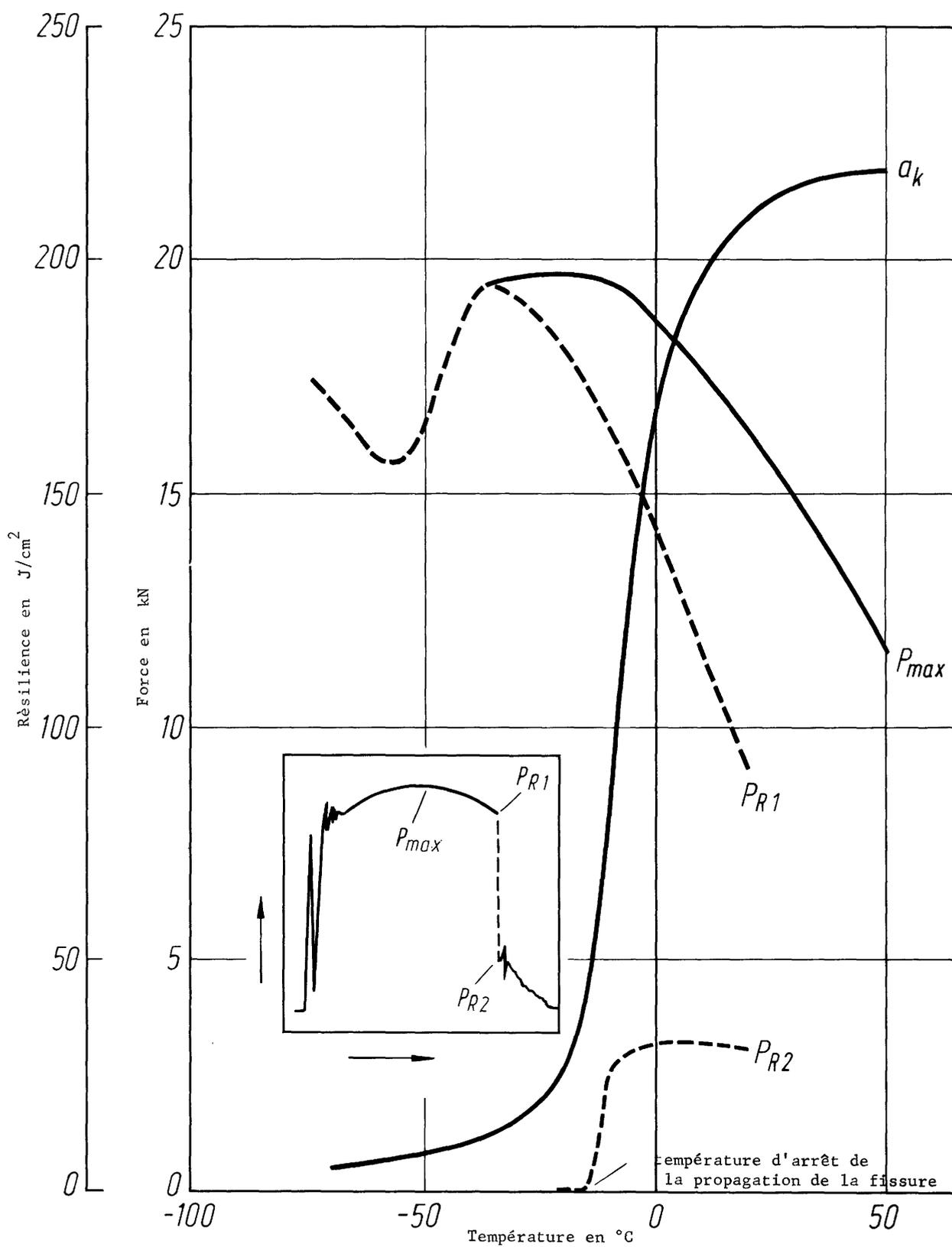


Fig. 4 - Résultats de l'évaluation de courbes mesurées sur un acier St 37-3 selon DIN 17 100 (éprouvettes ISO à entaille en V) à l'aide d'un marteau pour essais de résilience à équipement électronique.

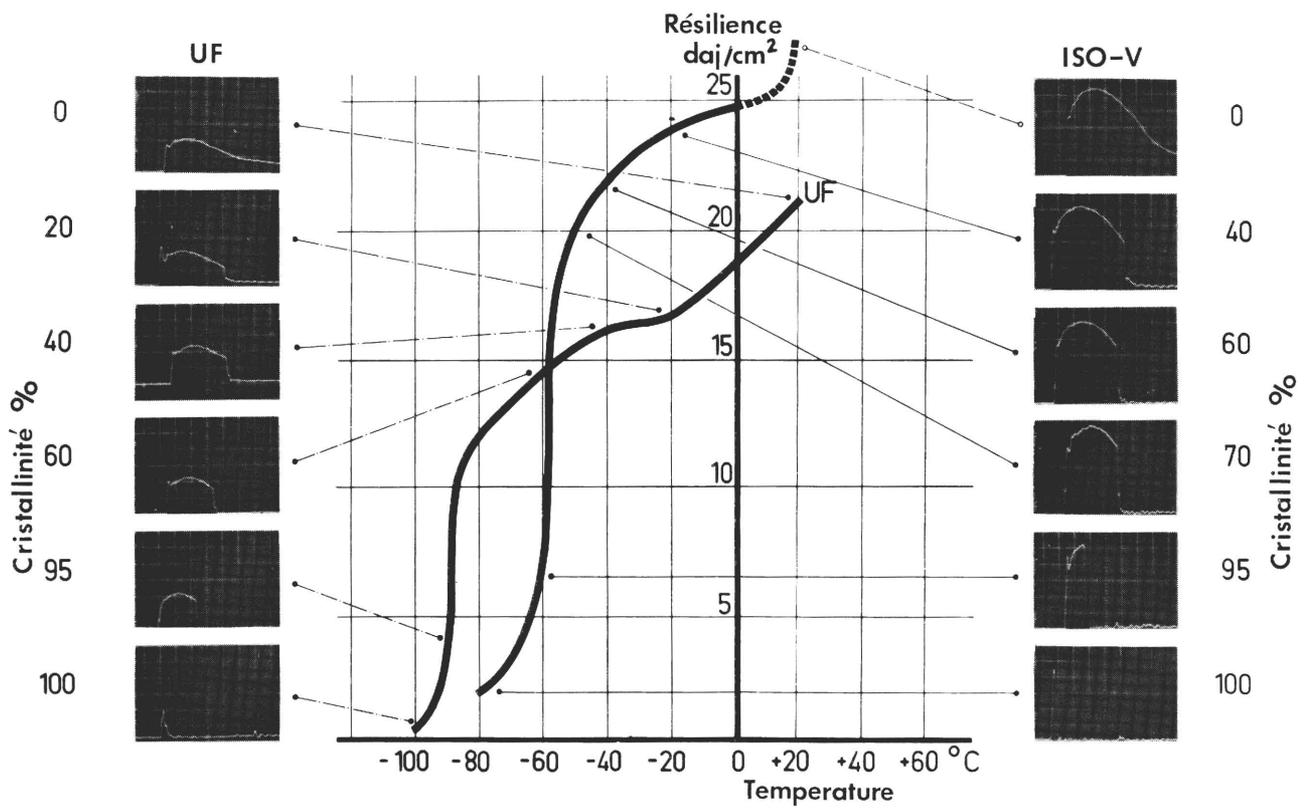


Figure 5 - Courbes de transition UF et Charpy V obtenues avec un appareil à équipement électronique
 Acier de type 15 CD 9-10

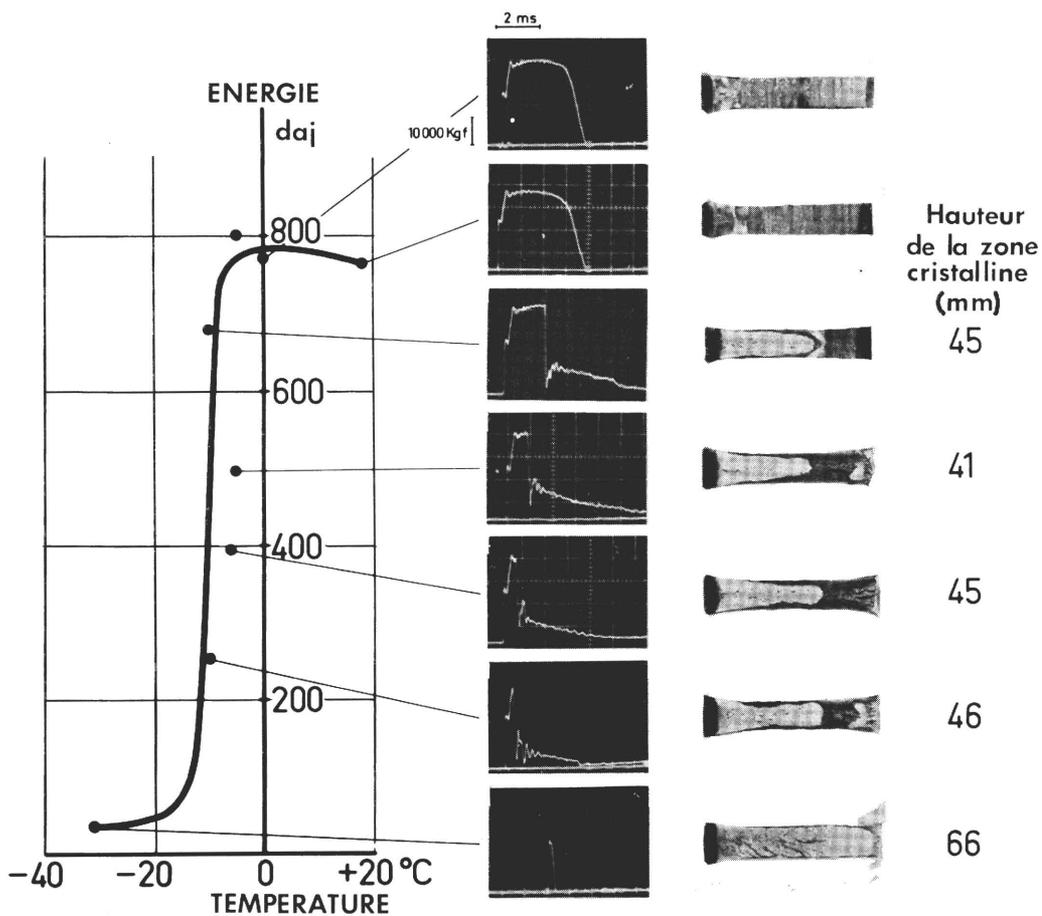


Figure 6 - Courbe de transition Battelle obtenue avec un appareil à équipement électronique
 Acier d2 (épaisseur 14 mm)

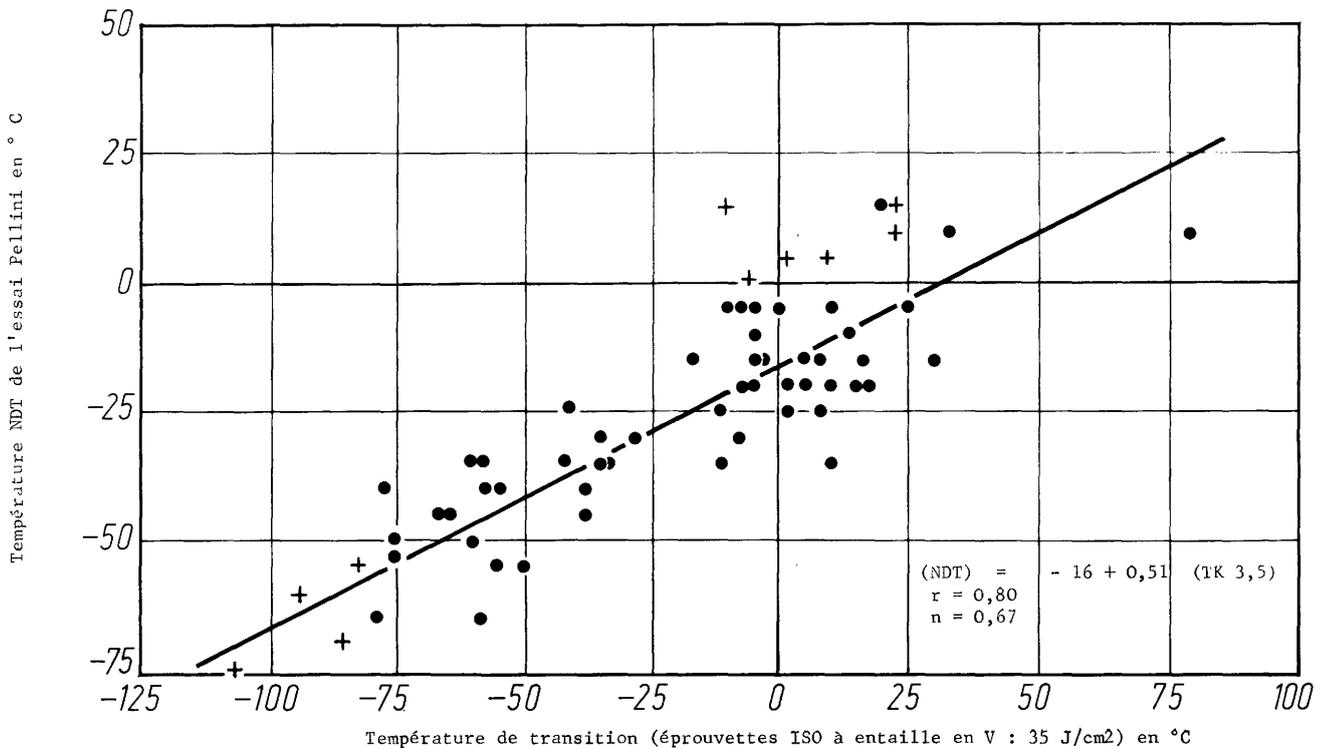


Fig. 7 - Corrélation entre la température NDT de l'essai de Pellini et la température de transition (35 J/cm²), d'après des mesures effectuées avec des éprouvettes ISO à entaille en V (TK 3,5)

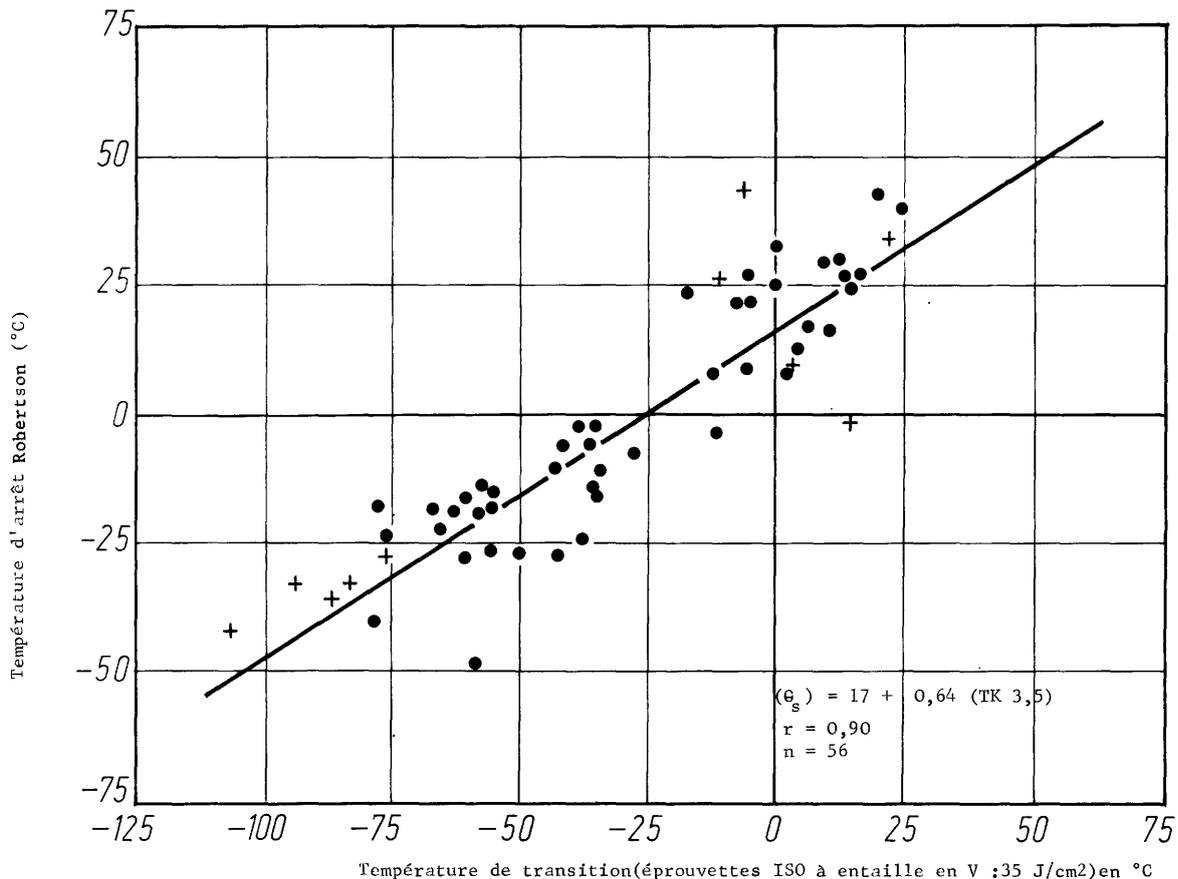


Fig. 8 - Corrélation entre la température d'arrêt de propagation de la fissure de l'essai de Robertson (Q) et la température de transition (35 J/cm²) mesurée sur des éprouvettes ISO à entaille en V (TK 3,5).

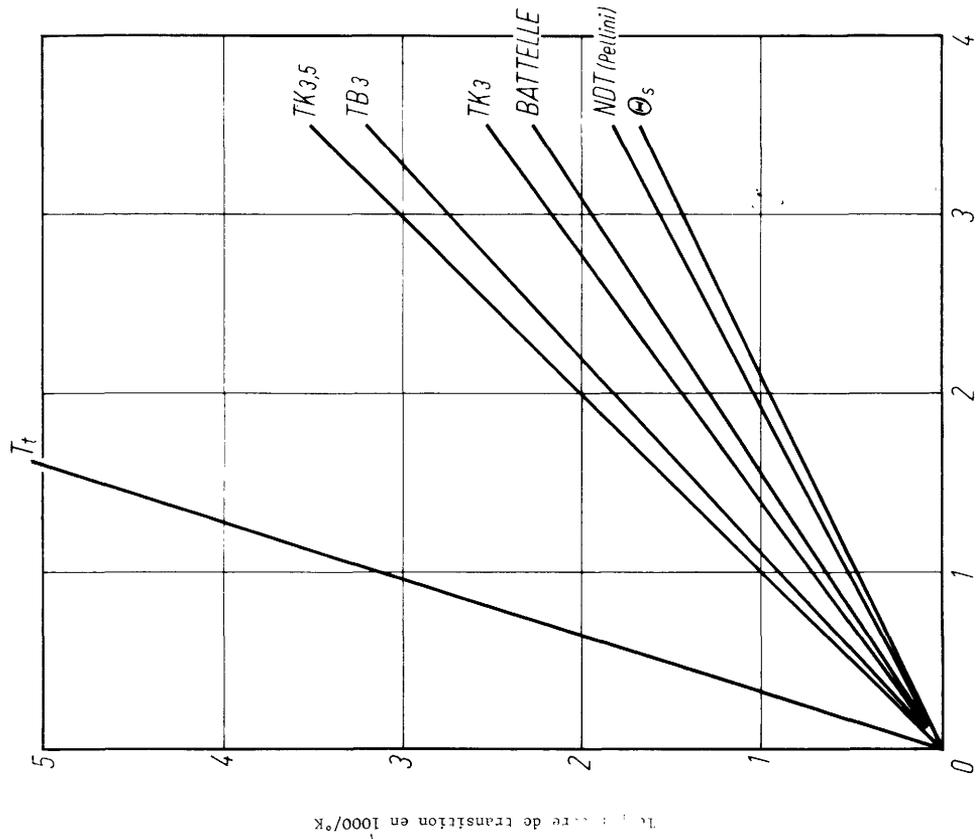


Fig. 9 - Pente des droites de régression calculées à partir de l'inverse des températures absolues, T_t = température de transition de l'essai de traction par choc.
 TK 3,5 = température de transition pour 35 J/cm² (éprouvettes ISO à entaille en V)
 TB 3 = température de transition pour 30 J/cm² (éprouvettes à entaille aiguë) (vitesse de choc 5 m/s)
 TK 3 = température de transition pour 30 J/cm² (éprouvette à entaille aiguë, vitesse de choc 5 m/s)
 θ_s = température de l'arrêt de propagation de la fissure de l'essai d'après Robertson (mesurée à l'extrémité de la parabole).

- éprouvette à entaille aiguë T_1 /Robertson T_{1s} (20 mm)
- éprouvette ISO à entaille en V T_1 /Robertson T_{1s} (20 mm)
- ◻ éprouvette de Kochendorfer T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)
- ▲ éprouvette à entaille aiguë T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)
- ◻ éprouvette à entaille aiguë T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)
- ▲ éprouvette à entaille aiguë T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)
- ◻ éprouvette à entaille aiguë T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)
- ▲ éprouvette à entaille aiguë T_2 /Robertson T_{2s} (40 mm)

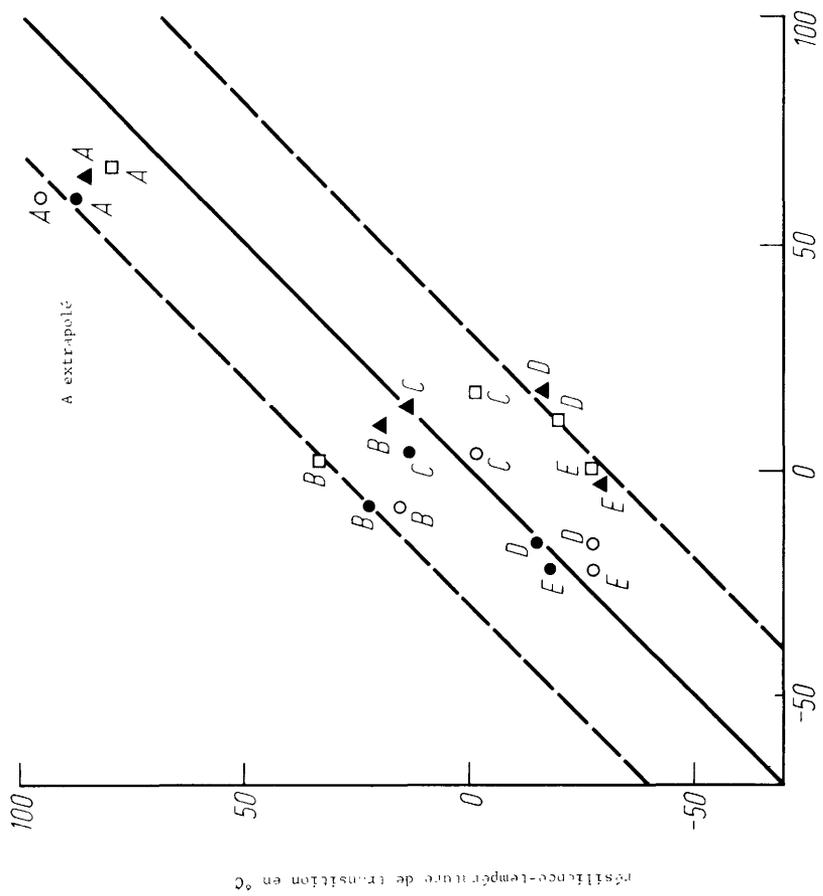


Fig. 10 - Comparaison des résultats d'essais Robertson et d'essais de résilience (T₁ = température à laquelle on a 50% de surface cristalline ; T₂ = température à laquelle la résilience a baissé à 50 de sa valeur au niveau supérieur - A à D = lettres de référence se rapportant aux différentes nuances d'acier, voir le texte).

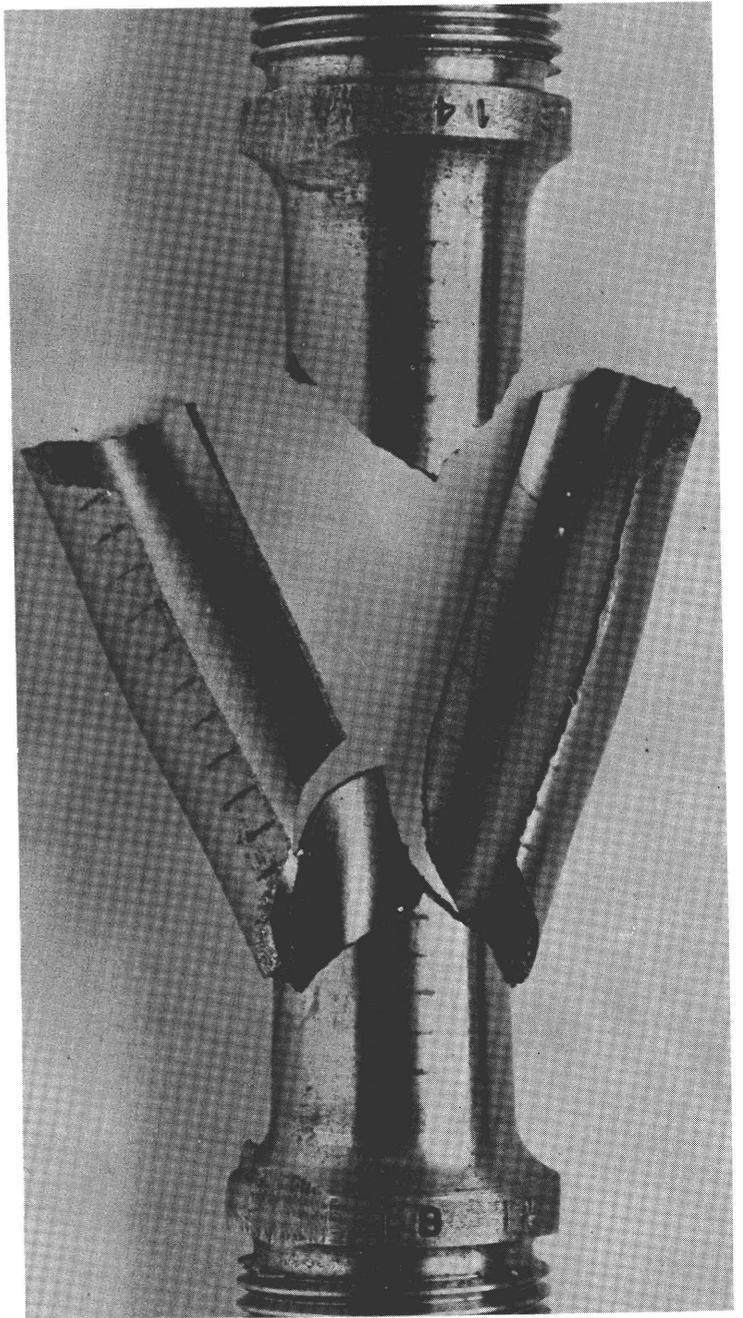
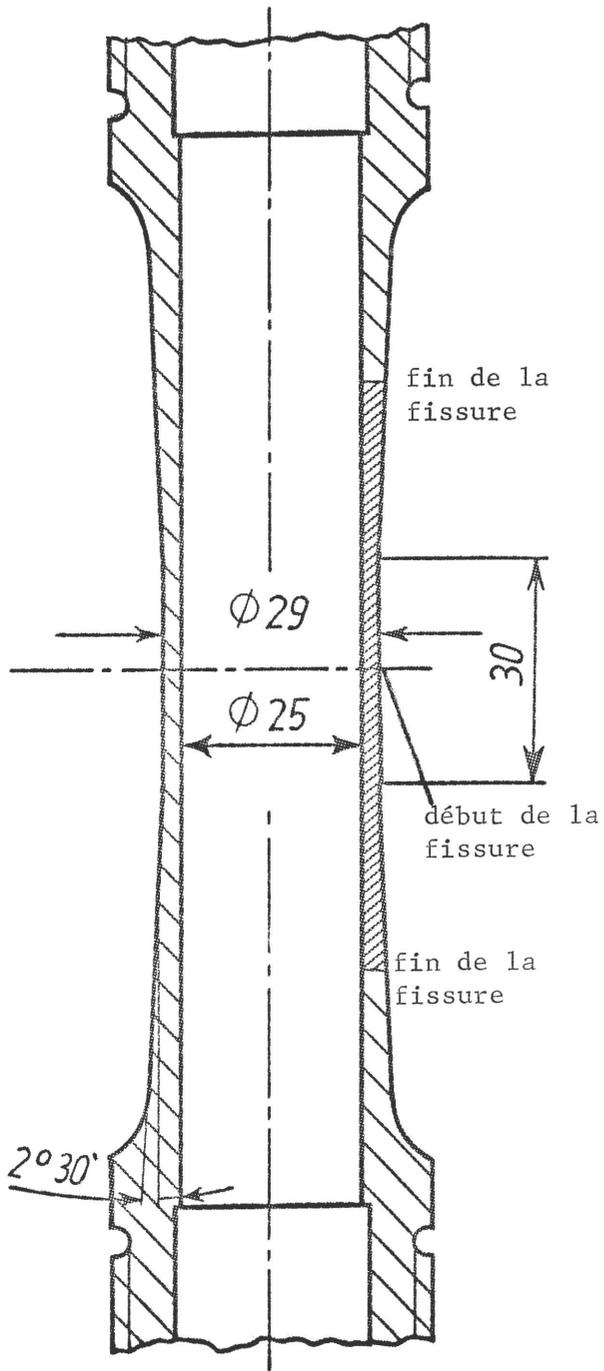


Fig. 11 - Eprouvettes creuses et coniques pour les essais avec pression intérieure.

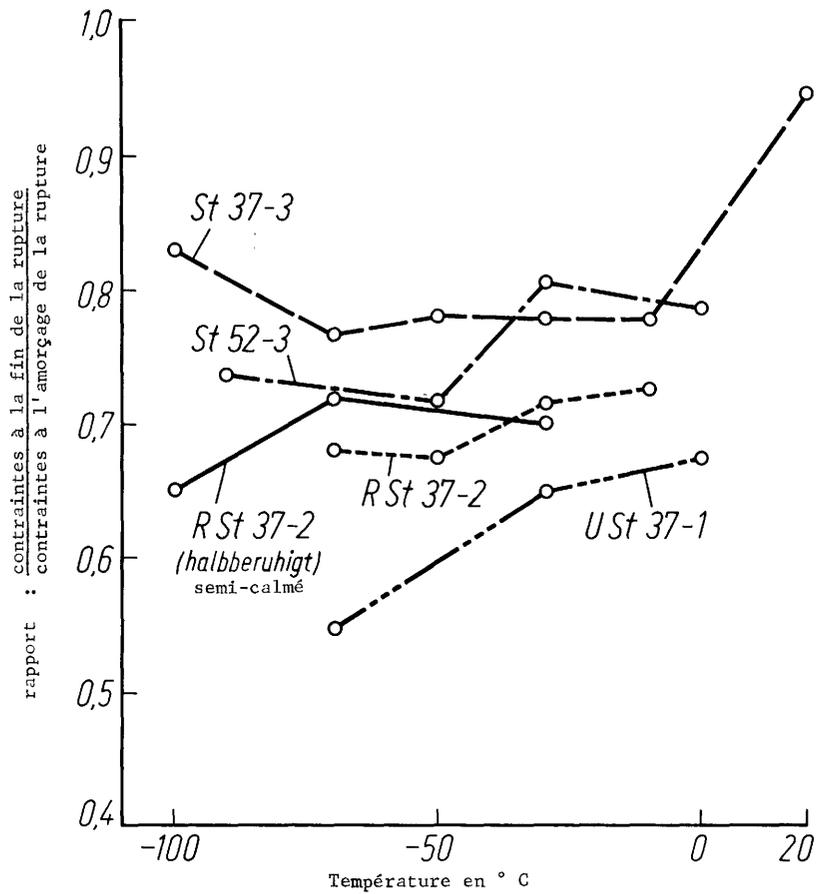


Fig. 12 - Rapport des contraintes à la fin de la rupture aux contraintes à l'amorçage de la rupture (de l'essai de traction) pour le rapport de tensions $\sigma_2 / \sigma_1 = 1,03$.

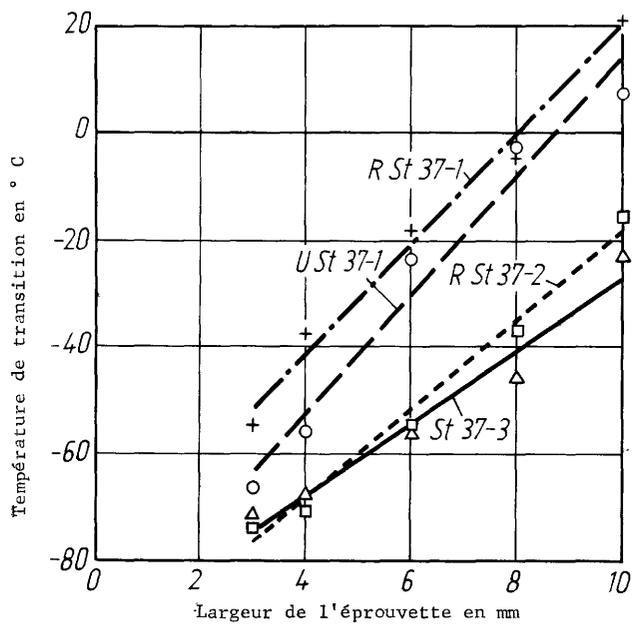


Fig. 13 - Variations de la température de transition de l'essai de résilience (température à laquelle la résilience : 50 % de sa valeur au niveau le plus élevé) en fonction de la largeur de l'éprouvette (l'acier RSt 37-1 était semi-calmé ; pour l'acier USt 37-1, le procédé Martin était indiqué comme méthode d'élaboration).

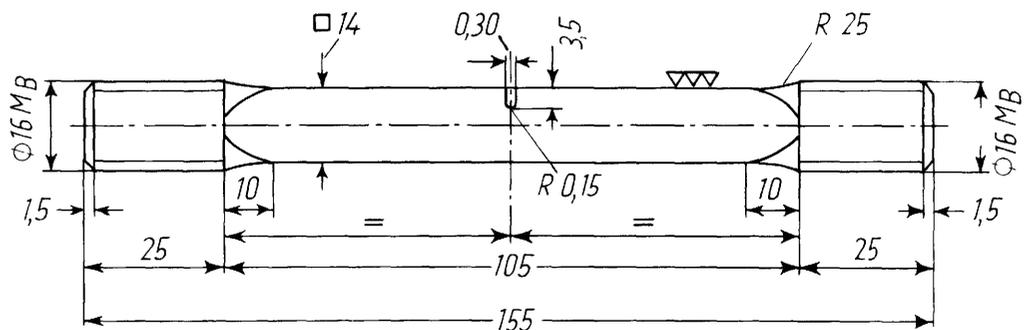


Fig. 14 - Epruvette de traction entaillée.

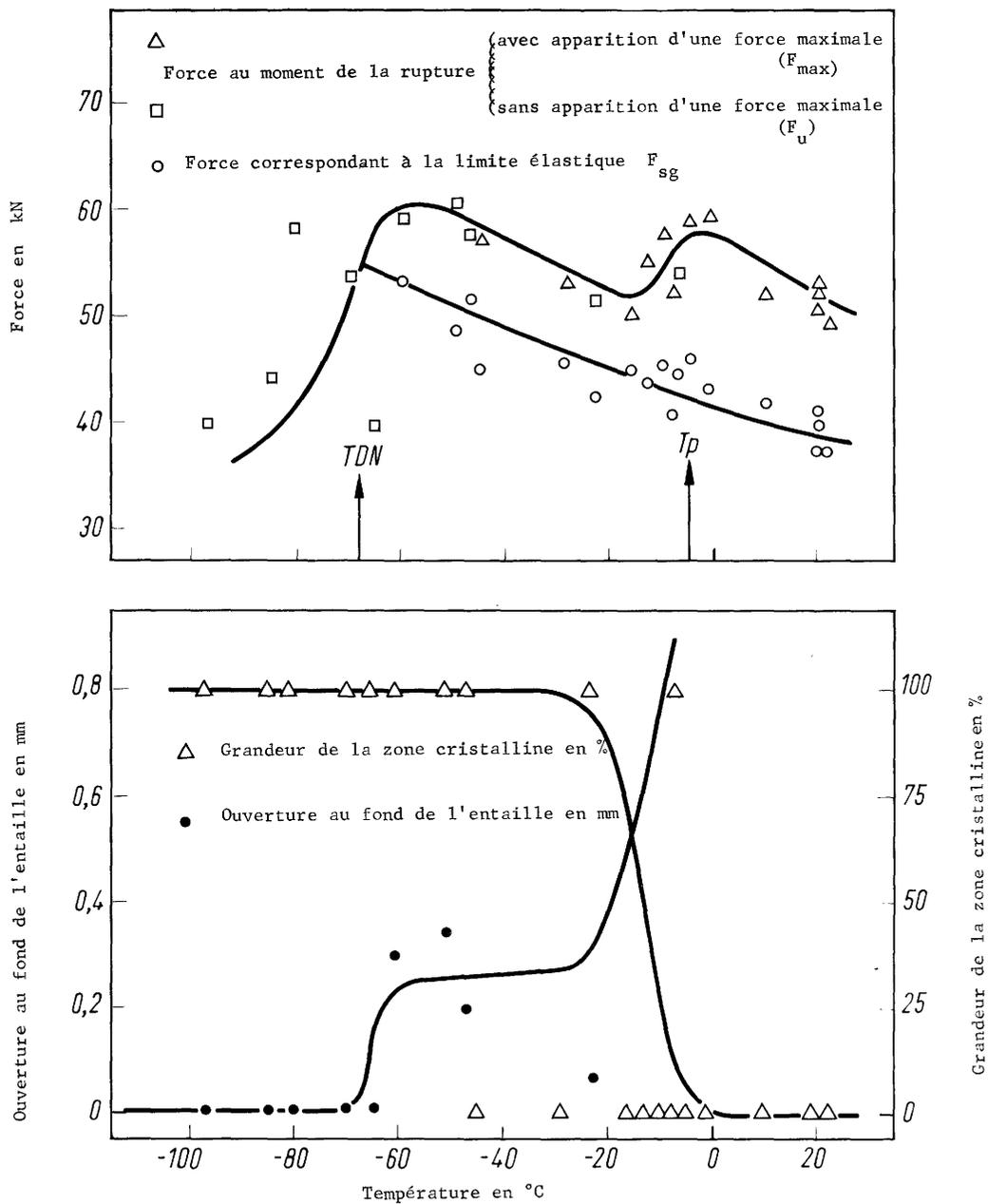
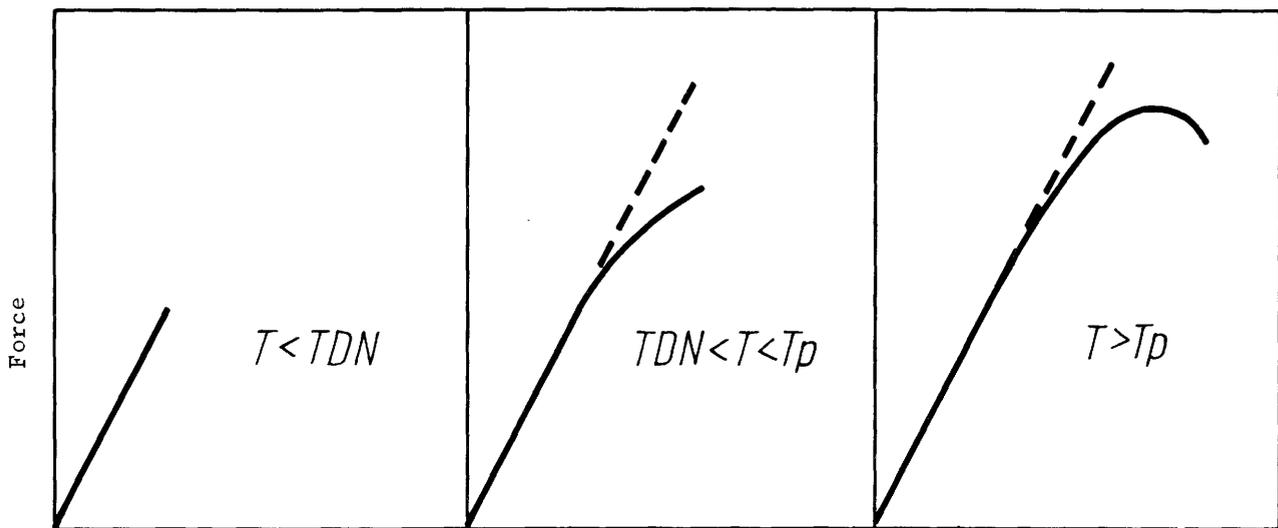


Fig. 15 - Résultats des mesures effectuées sur un acier Fe 42 (semi-calmé)



Décalage de la partie de tête transversale

Fig. 16 - Trois types caractéristiques de courbes force-allongement .

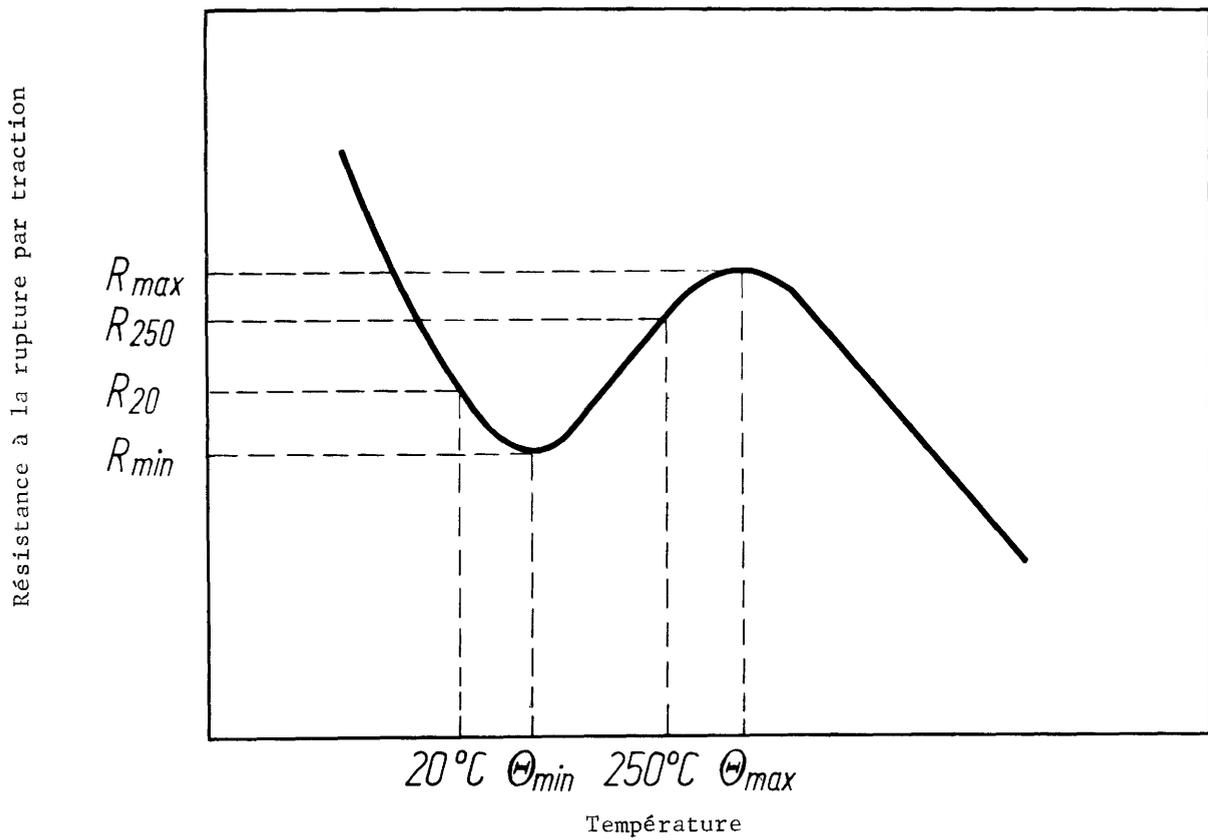


Fig. 17 - Variations de la résistance à la rupture par traction en fonction de la température (courbe schématique).

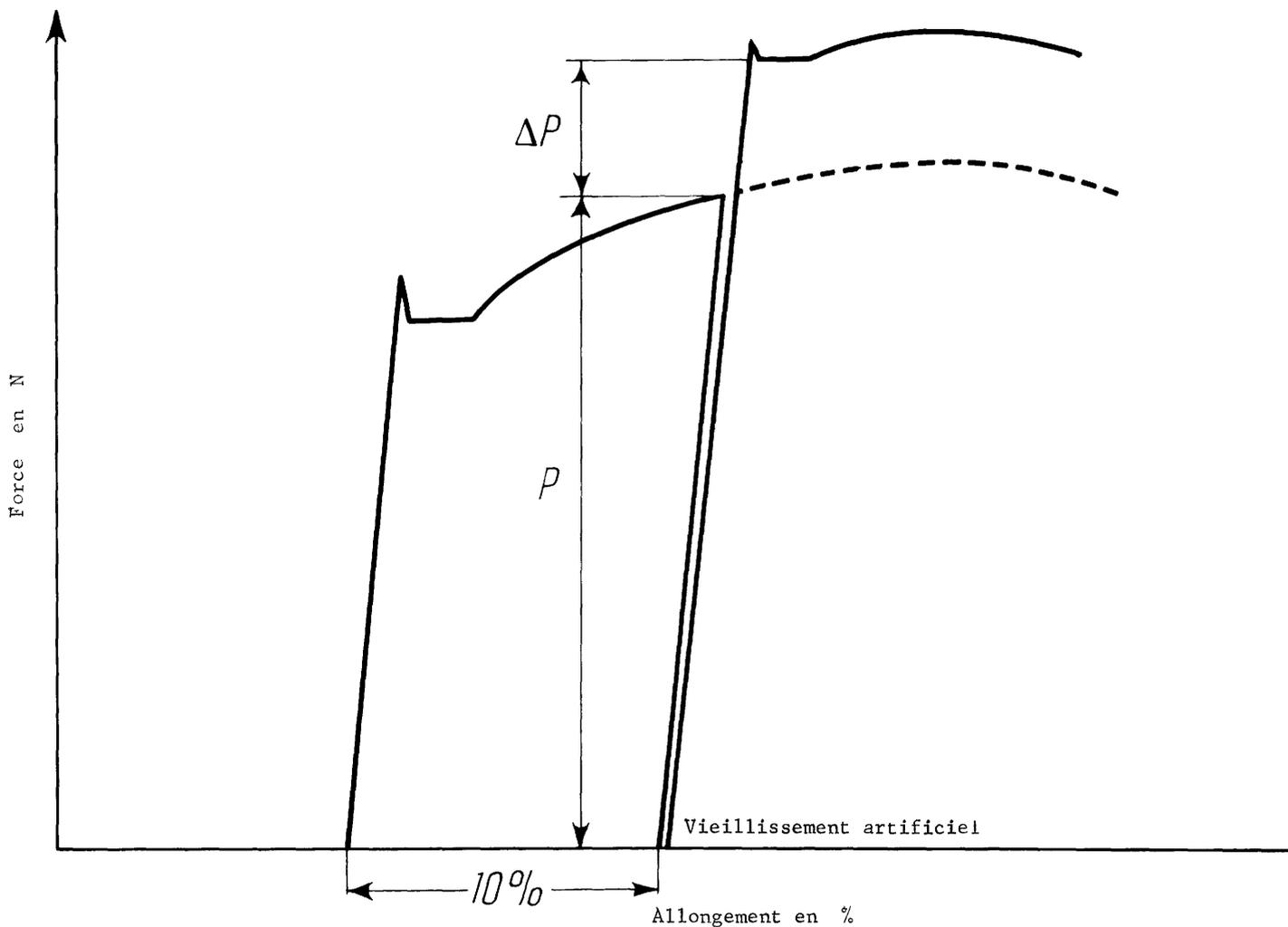


Fig. 18 - Caractéristiques du vieillissement dans l'essai de traction à la température ambiante (schématique)

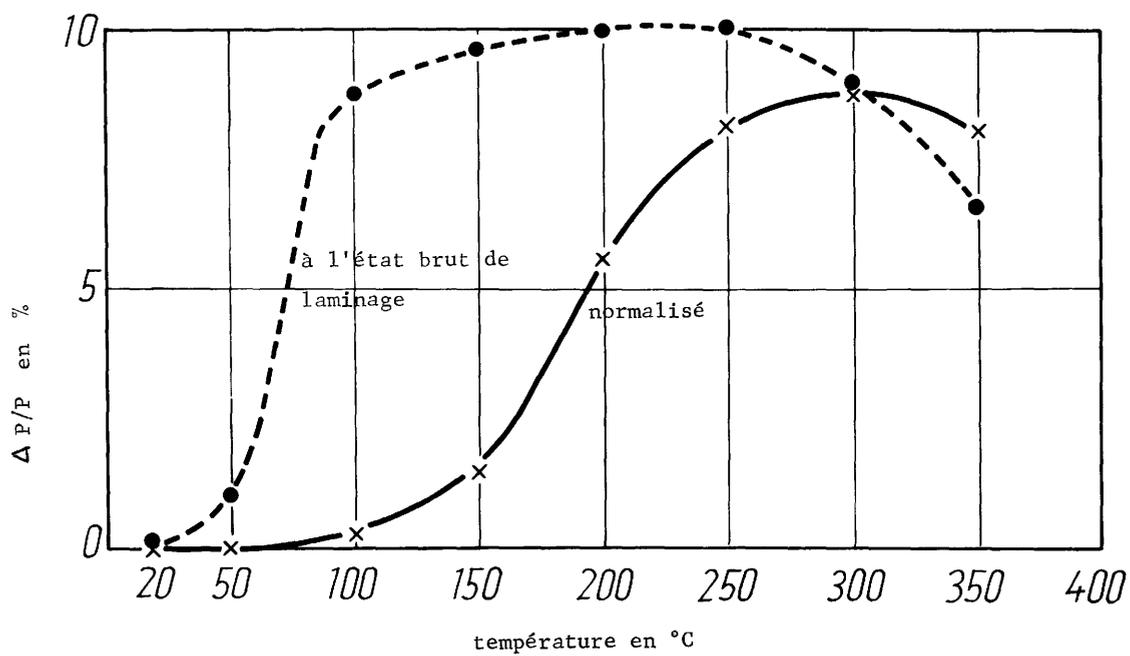


Fig. 19 - Influence de la normalisation sur la tendance au vieillissement d'un acier A 52 (calmé au silicium et à l'aluminium)

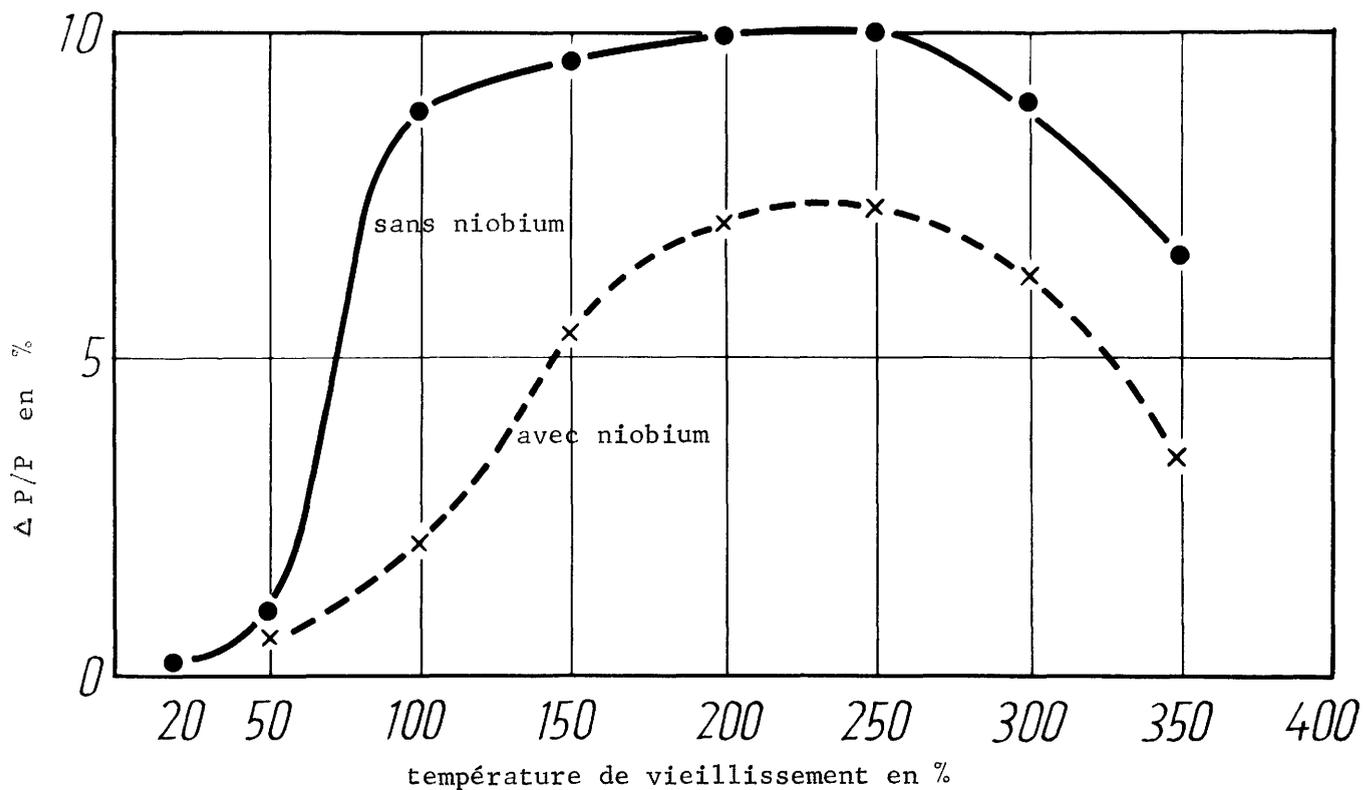


Fig. 20 - Influence de l'addition de niobium sur la tendance au vieillissement d'un acier A 52 (calmé au silicium et à l'aluminium) à l'état brut de laminage.

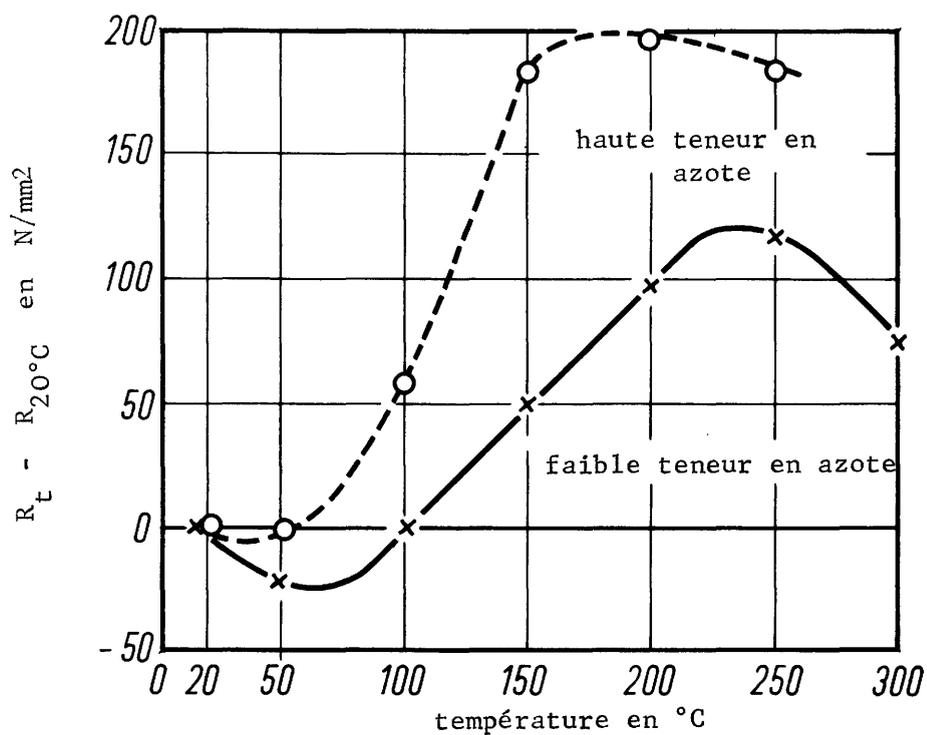


Fig. 21 - Influence de la teneur en azote sur la tendance au vieillissement d'un acier A 37 (effervescent)

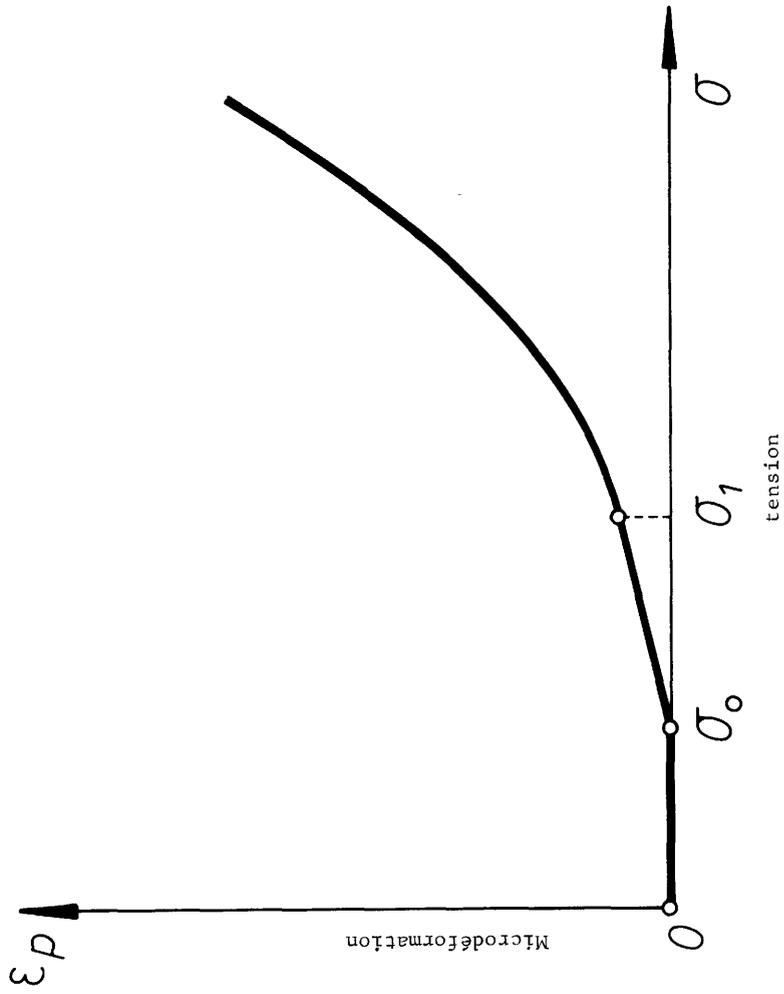
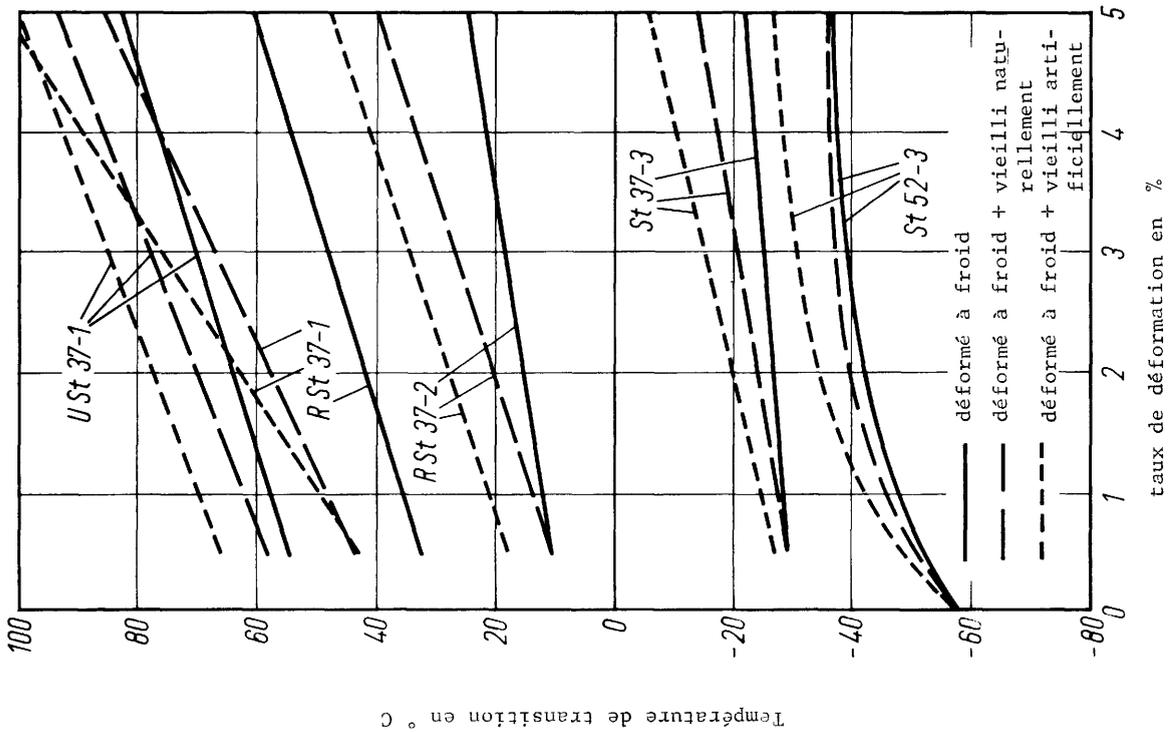


Fig. 23 - Microdéformation d'un acier en fonction de la tension appliquée.

Fig. 22 - Températures de transition obtenues sur éprouvettes d'acier (conformes à DIN 17 100), soit déformées à froid et vieilles naturellement (20°C, 5000 hs) soit déformées à froid et vieilles artificiellement (300° C, 1h) en fonction du taux de déformation (température de transition = température à laquelle la résilience des éprouvettes ISO à entaille en V se monte à 50 % de leur résilience au niveau le plus élevé).

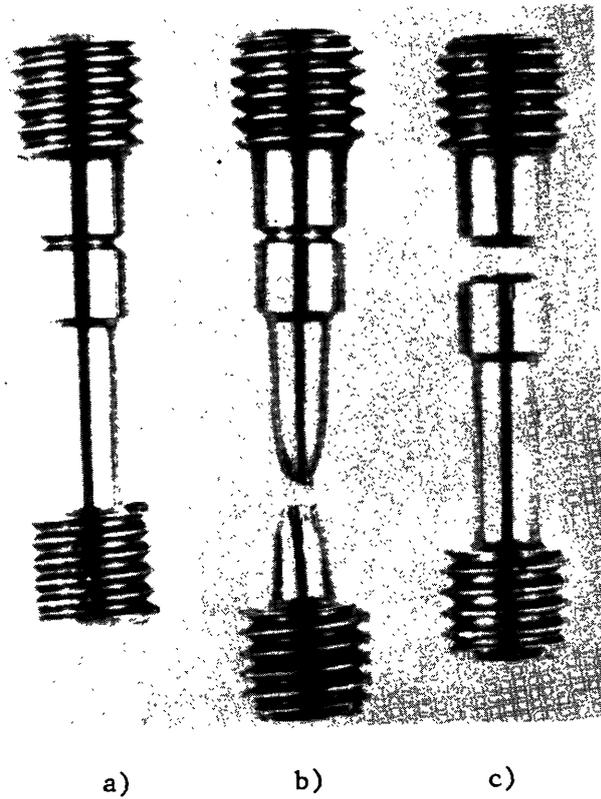


Fig. 24 - Epreuve à deux corps employée pour les essais de traction par choc. a) l'éprouvette avant l'essai b) éprouvette à rupture tenace dans la partie lisse, c) éprouvette à rupture fragile dans la partie entaillée.

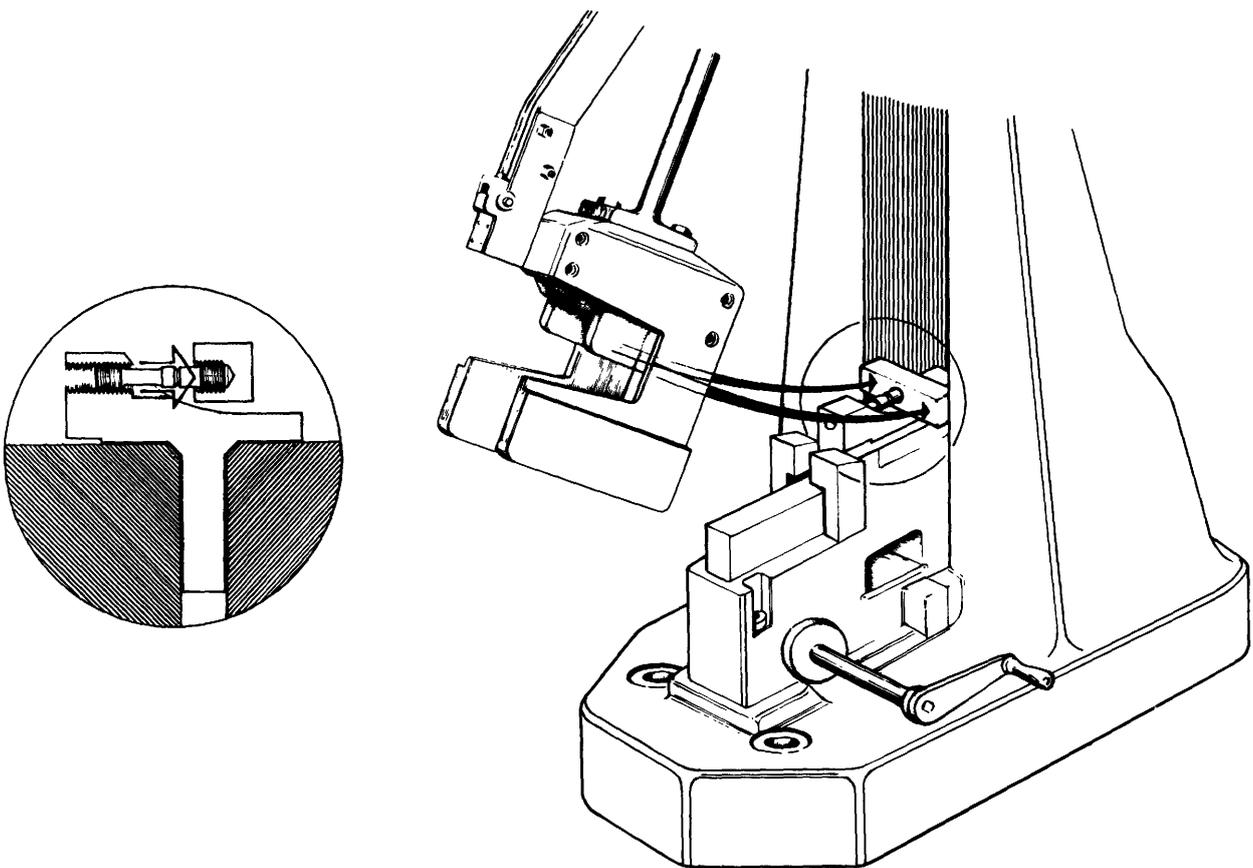


Fig. 25 - Dispositif d'essai pour les essais de traction par choc sur des éprouvettes à deux corps.

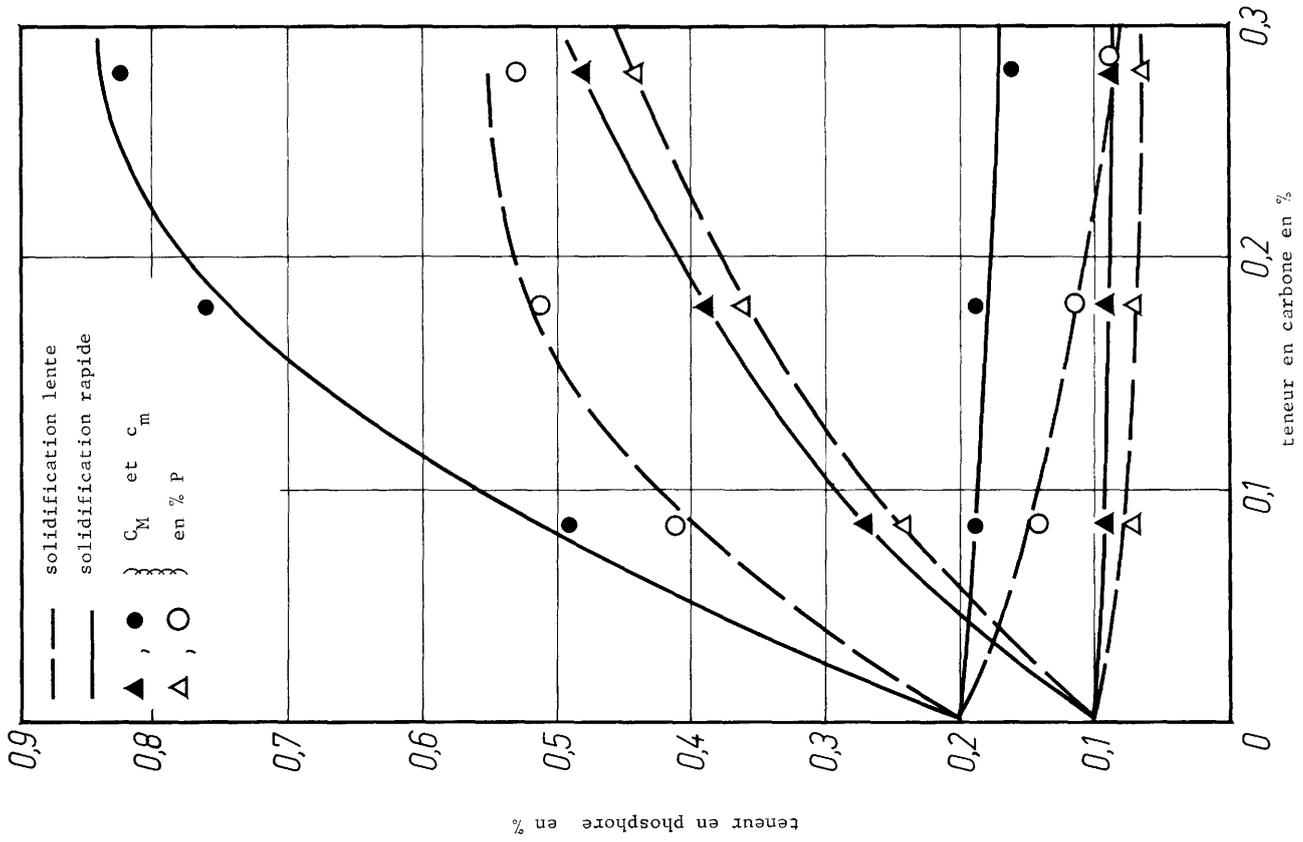


Fig. 27 - Valeurs C_M et c_m d'alliages ternaires fer-carbone-phosphore en fonction de la c_m teneur en carbone.

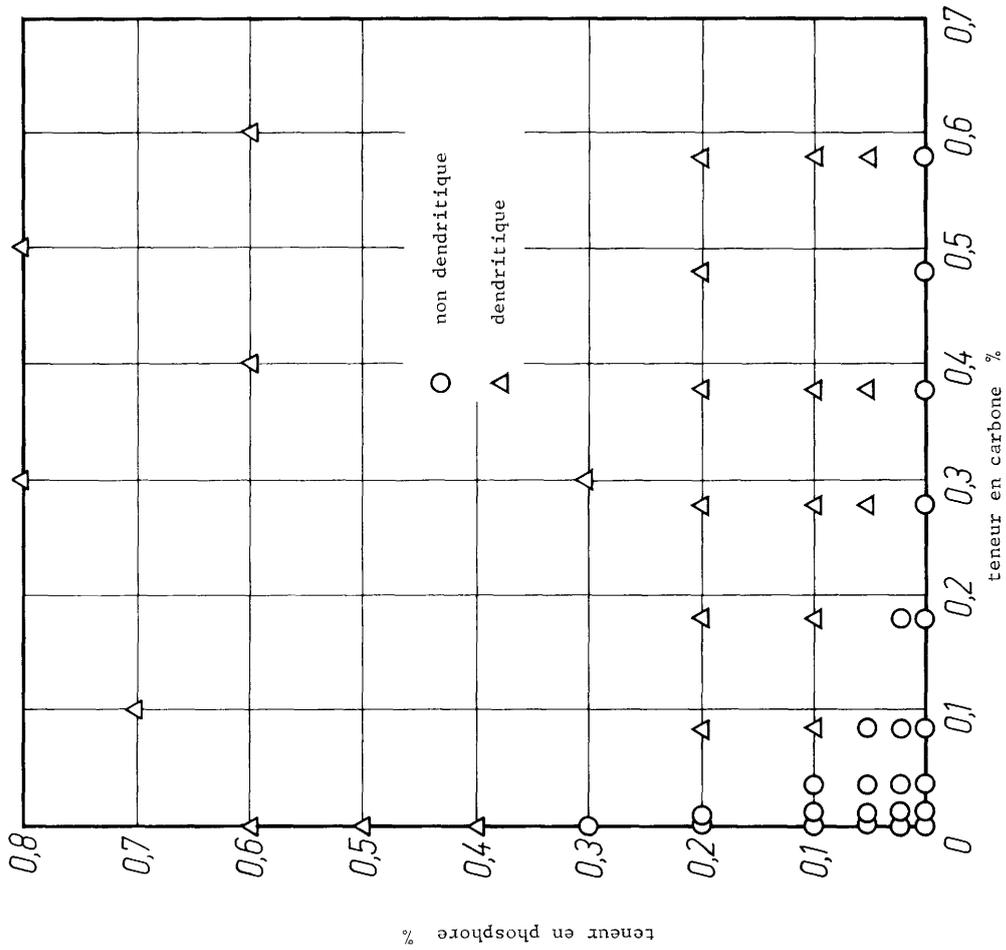


Fig. 26 - Structure d'alliages de fer binaires et ternaires avec du phosphore et du carbone, coulés en lingotière, vitesse de solidification moyenne : 2,5 mm/s.

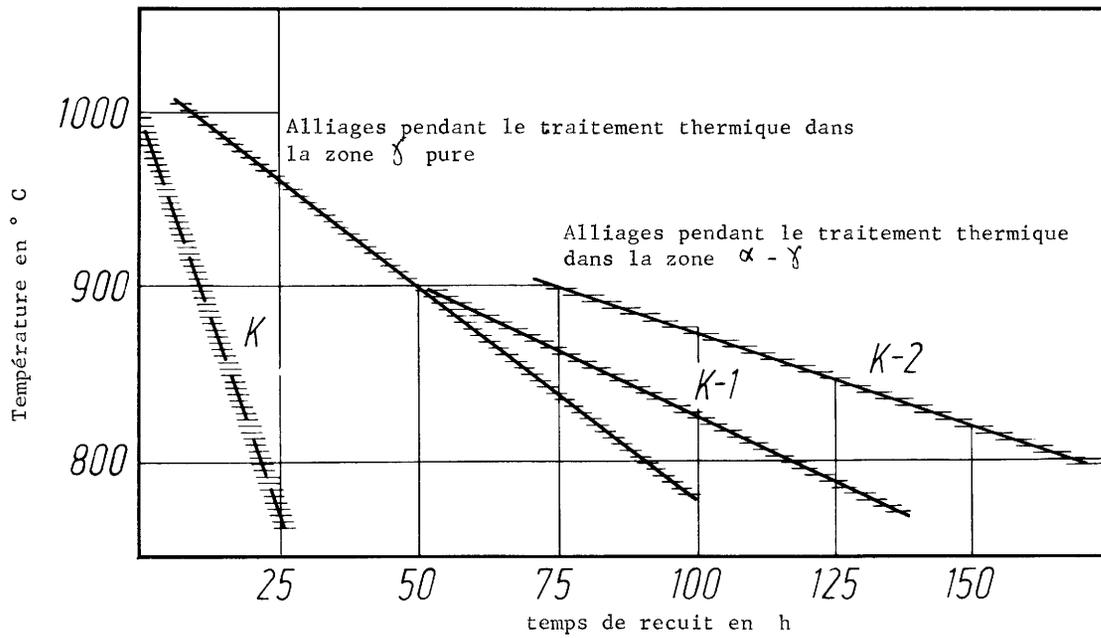


Fig. 28 - Variation du temps d'homogénéisation en fonction de la température de recuit.

- K = 80 % de déformation à froid sans orientation de la structure
- K-1 = 80 % de déformation à froid, environ 25 % d'orientation résiduelle de la structure
- K-2 = 80 % de déformation à froid, estimation du temps de recuit nécessaire pour faire disparaître complètement l'orientation de la structure.

SALES OFFICES

The Office for Official Publications sells all documents published by the Commission of the European Communities at the addresses below and at the price listed at the back cover. When ordering, specify clearly the exact reference and the title of the document.

BELGIQUE — BELGIË

Moniteur belge — Belgisch Staatsblad
Rue de Louvain, 40-42 — Leuvenseweg 40-42
1000 Bruxelles — 1000 Brussel. — Tél. 512 00 26
CCP 000-2005502-27 — Postrekening 000-2005502-27
Sous-dépôt — Agentschap
Librairie européenne — Europese Boekhandel
Rue de la Loi, 244 — Wetstraat 244
1049 Bruxelles — 1049 Brussel

DANMARK

J.H. Schultz — Boghandel
Møntergade 19
1116 København K — Tel. 14 11 95

DEUTSCHLAND (BR)

Verlag Bundesanzeiger
5 Köln 1 - Breite Straße
Postfach 108 006 — Tel. (0221) 21 03 48
(Fernschreiber: Anzeiger Bonn 08 882 595)
Postscheckkonto 834 00 Köln

FRANCE

*Service de vente en France des publications
des Communautés européennes — Journal officiel*
26, rue Desaix — 75 732 Paris - Cedex 15
Tél. (1) 578 61 39 — CCP Paris 23-96

IRELAND

Stationery Office — The Controller
Beggar's Bush — Dublin 4
Tel. 76 54 01

ITALIA

Libreria dello Stato
Piazza G. Verdi 10
00198 Roma — Tel. (6) 85 08
CCP 1/2640

Agenzie
00187 Roma — Via del Tritone
61/A e 61/B
00187 Roma — Via XX Settembre
(Palazzo Ministero
delle finanze)
20121 Milano — Galleria
Vittorio Emanuele 3
80121 Napoli — Via Chiaia 5
50129 Firenze — Via Cavour 46/R
16121 Genova — Via XII Ottobre 172
40125 Bologna — Strada Maggiore 23/A

GRAND-DUCHE DE LUXEMBOURG

*Office des publications officielles
des Communautés européennes*
Boîte postale 1003 — Luxembourg
Tél. 49 00 81 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/300

NEDERLAND

Staatsdrukkerij- en -uitgeverijbedrijf
Christoffel Plantijnstraat, 's-Gravenhage
Tel. (070) 81 45 11 — Postgiro 42 53 00

UNITED KINGDOM

H.M. Stationery Office
P.O. Box 569
London S.E. 1 9 N H — Tel. 01-928 6977, ext. 365

UNITED STATES OF AMERICA

European Community Information Service
2100 M Street, N.W. — Suite 707
Washington, D.C. 20 037 — Tel. 296 51 31

SCHWEIZ — SUISSE — SVIZZERA

Librairie Payot
6, rue Grenus — 1211 Genève
CCP 12-236 Genève — Tél. 31 89 50

SVERIGE

Librairie C.E. Fritze
2, Fredsgatan — Stockholm 16
Post Giro 193 — Bank Giro 73/4015

ESPAÑA

Libreria Mundi-Prensa
Castelló 37 — Madrid 1
Tel. 275 46 55

OTHER COUNTRIES

*Office for Official publications
of the European Communities*
Boîte postale 1003 — Luxembourg
Tél. 49 00 81 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/300

NOTICE TO THE READER

All scientific and technical reports published by the Commission of the European Communities are announced in the monthly periodical "euro-abstracts". For subscription (1 year: B.Fr. 1 025.—) or free specimen copies please write to the address below.

FB 375,—

DK 59,00

DM 25,50

FF 45,00

Lit. 6800

Fl. 26,00

£ 4,60

\$ 10,80