

**Etude de la  
transformation  
martensitique et de la  
rupture fragile dans les  
aciers 304 et 16MND5  
au cours d'essais de  
traction in situ**

Raphaël Pesci - Marc Wary  
LPMM-ENSAM de Metz

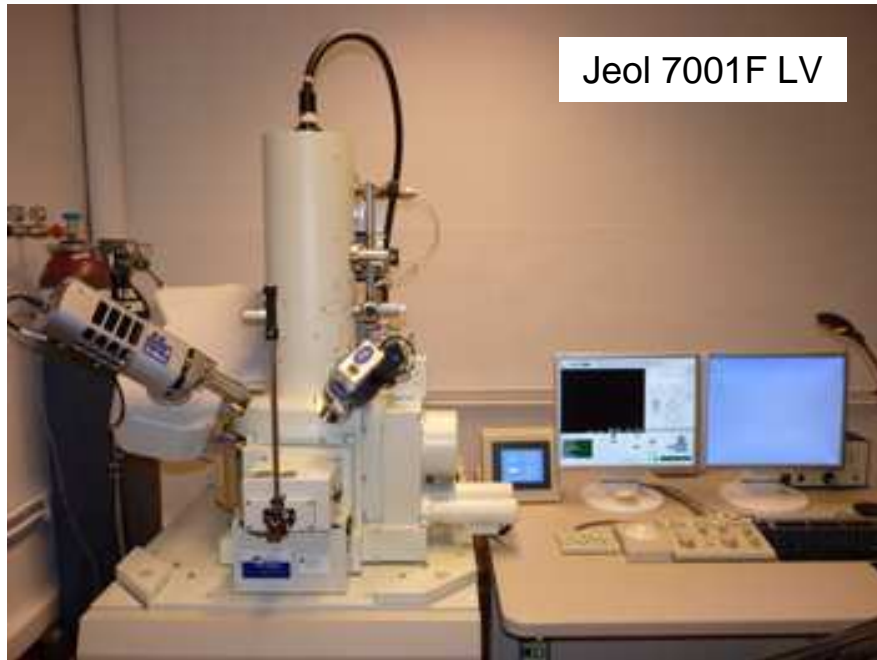
**GN-MEBA - JUIN 2010**



## Sommaire de la présentation

- Transformation martensitique dans l'acier inox 304
- Rupture fragile de type clivage dans l'acier de cuve bainitique 16MND5
- évolution microstructurale et caractérisation mécanique multiéchelles
- Développement de la technique de microdiffraction Kossel

## Dispositif expérimental



- 1 MEB Jeol 5800 LV + EDX

- 1 MEB-FEG Jeol 7001F LV  
+ EDX/WDS couplés

- 2 systèmes de microdiffraction  
Kossel/caméras CCD  
interchangeables  
(1392\*1040 et 4008\*2672)

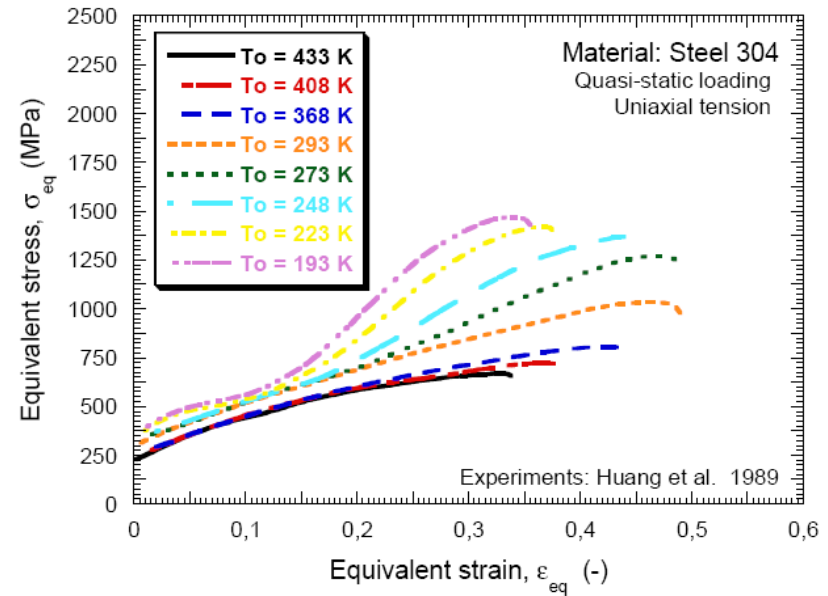
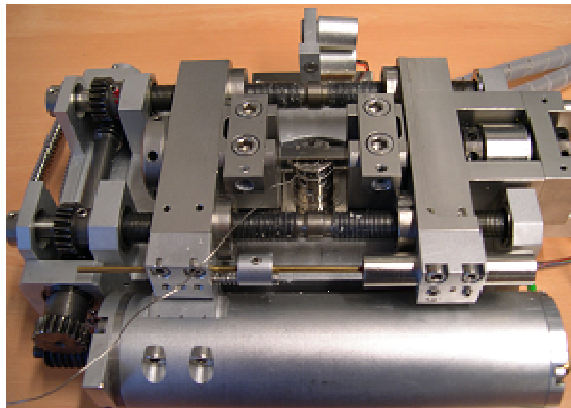
→ 2 micromachines de traction-compression-flexion  
instrumentées en température [-180°C;300°C]

# Transformation martensitique dans l'acier 304

Domaines d'application : automobile, transports, blindage

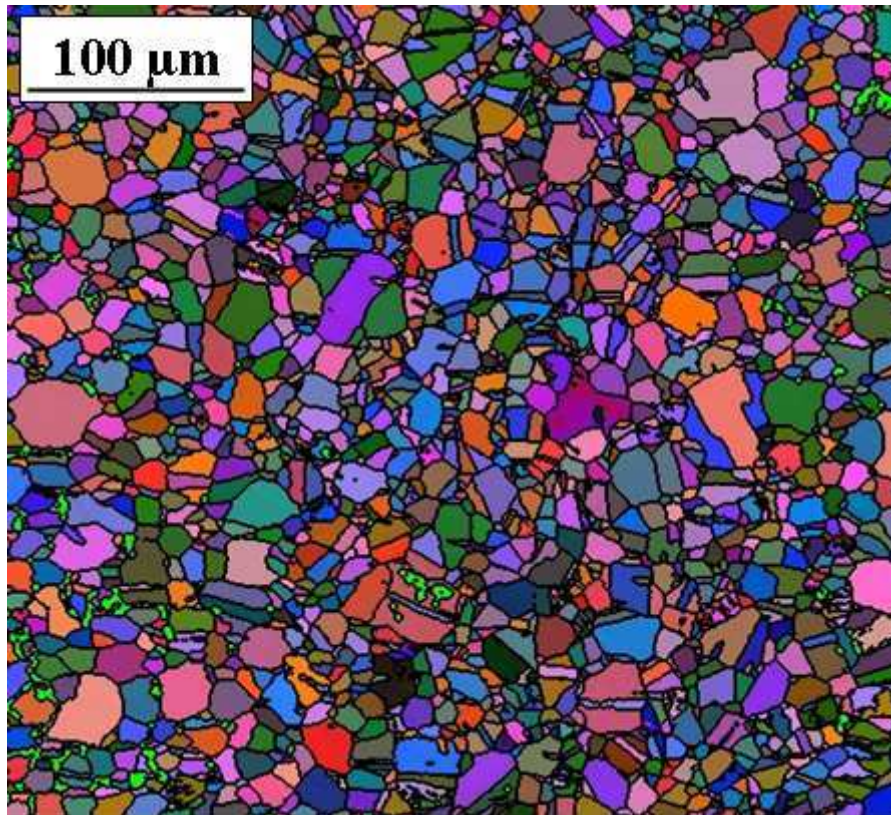
→ hautes performances mécaniques, grande absorption d'énergie

→ transformation martensitique, avec influence de la température



Essais mécaniques in situ

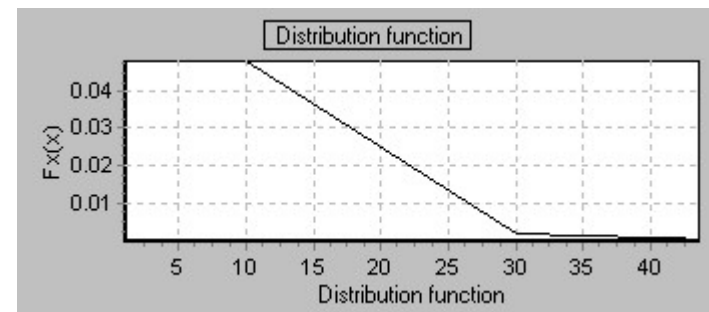
# Transformation martensitique dans l'acier 304



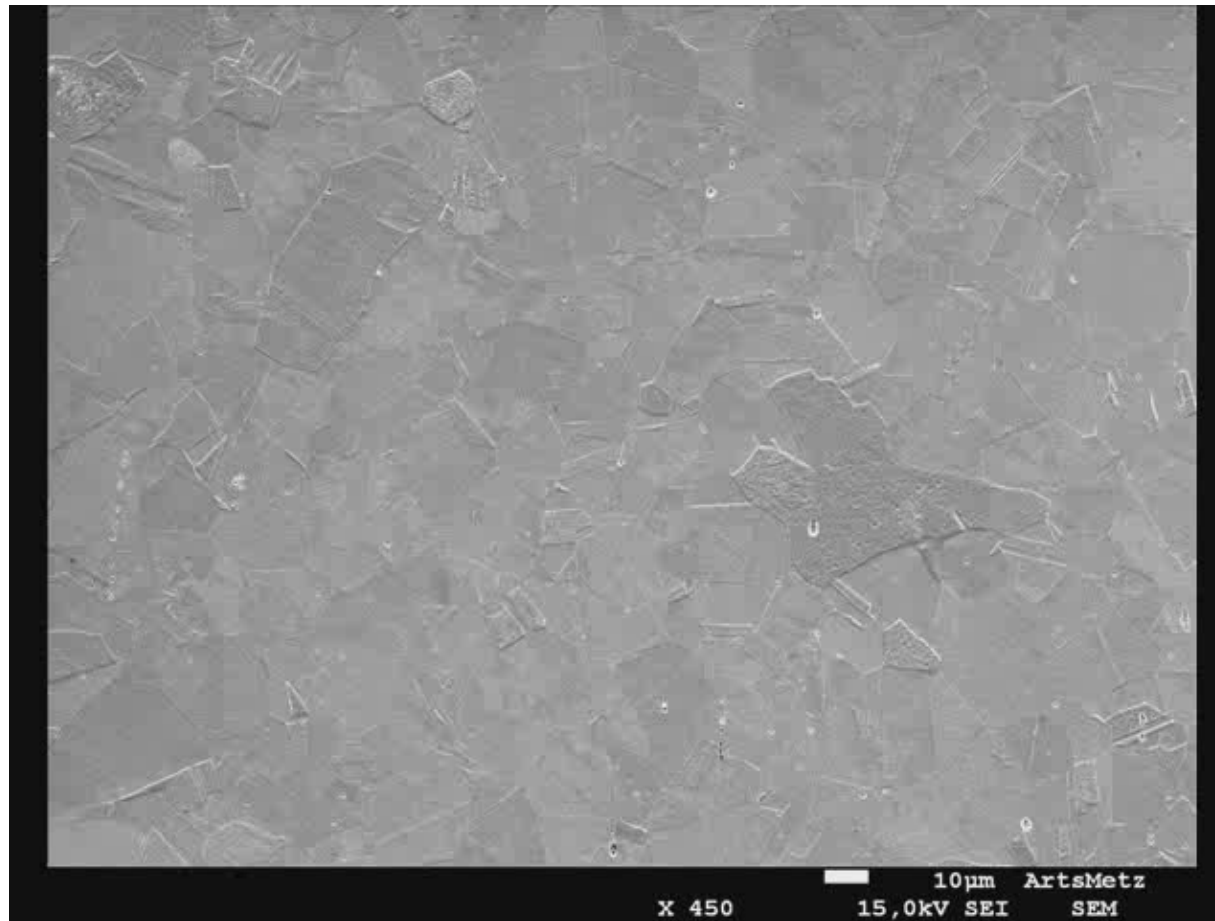
Cartographie initiale par  
EBSD

→ taille de grains moyenne  
de 20 $\mu\text{m}$

→ texture très peu marquée

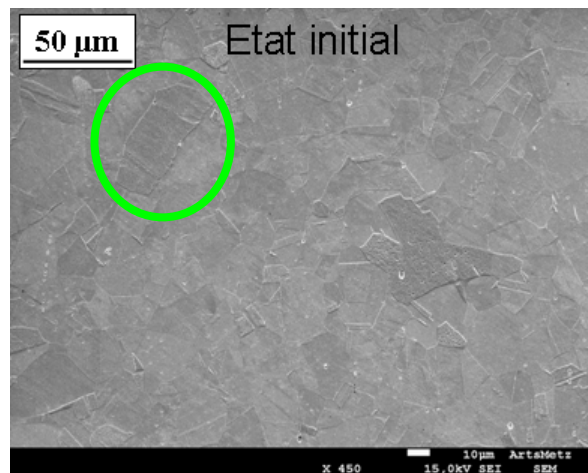
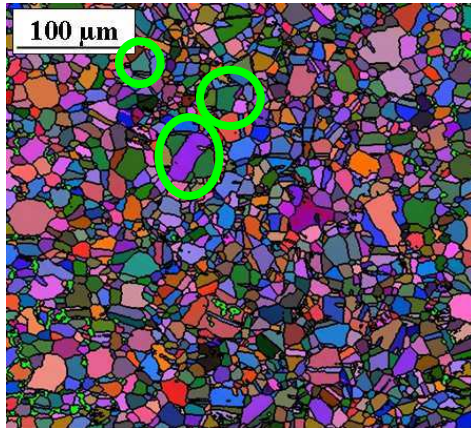


## Transformation martensitique dans l'acier 304



$\varepsilon=0-67\%$

# Transformation martensitique dans l'acier 304

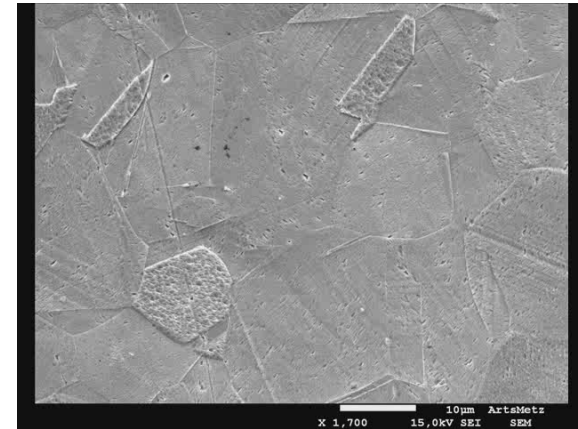
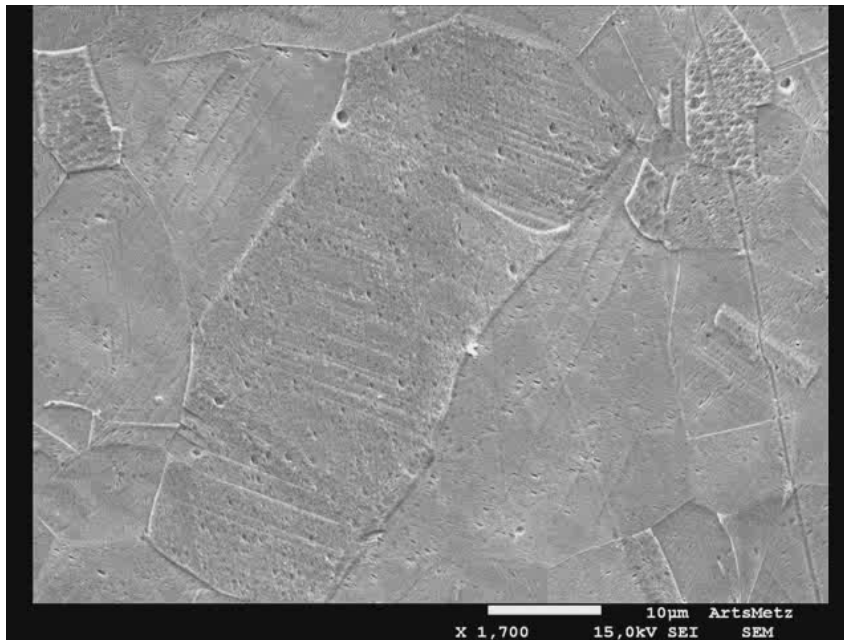


Influence de l'orientation  
cristallographique et du facteur de  
Schmid



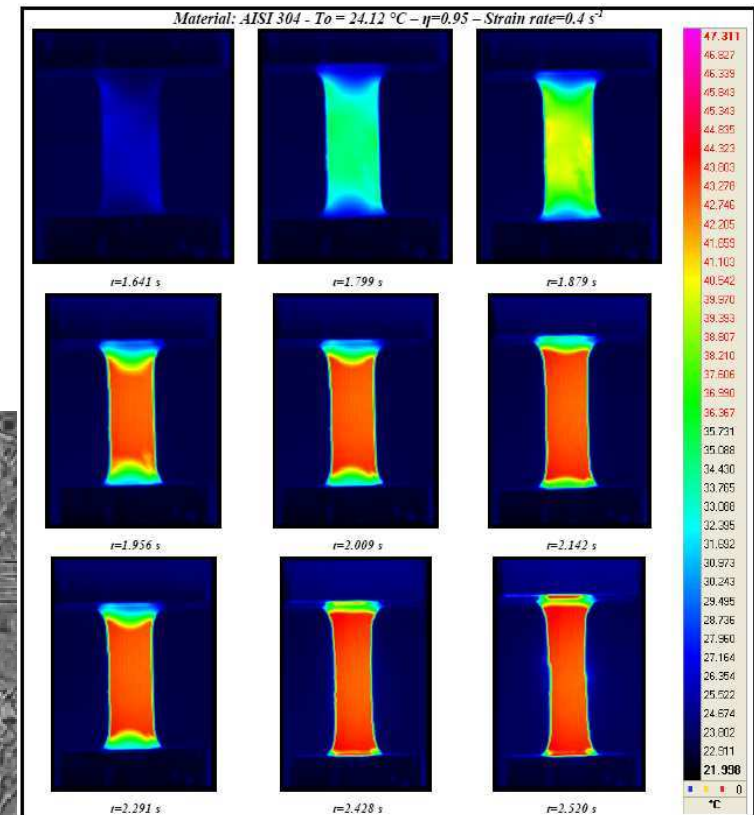
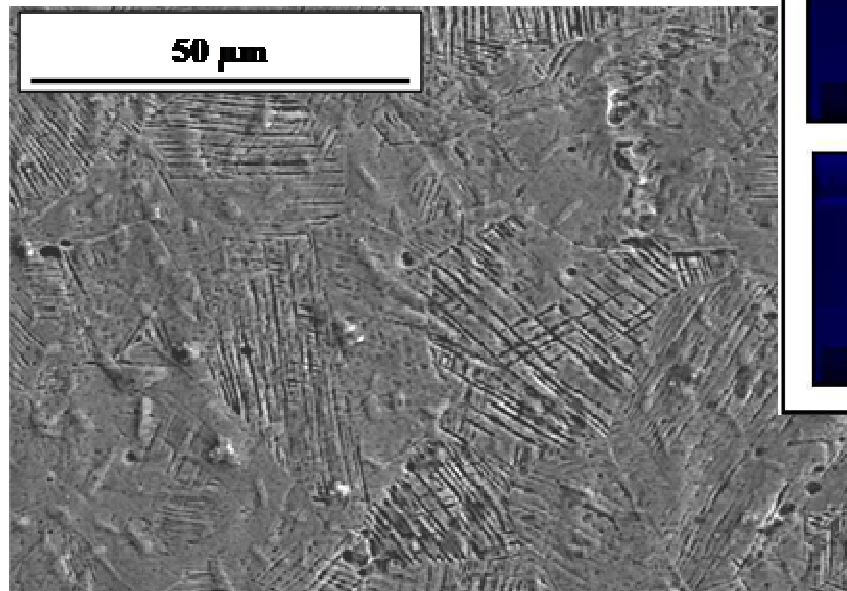
Suivi individuel de plusieurs grains  
+  
Effet de taille, influence du voisinage

## Transformation martensitique dans l'acier 304



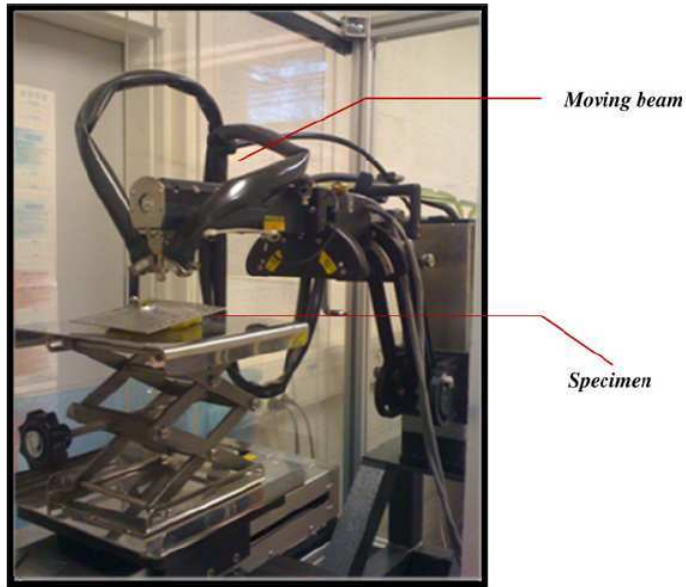
Evolution dans les 3 grains proposés

# Transformation martensitique dans l'acier 304

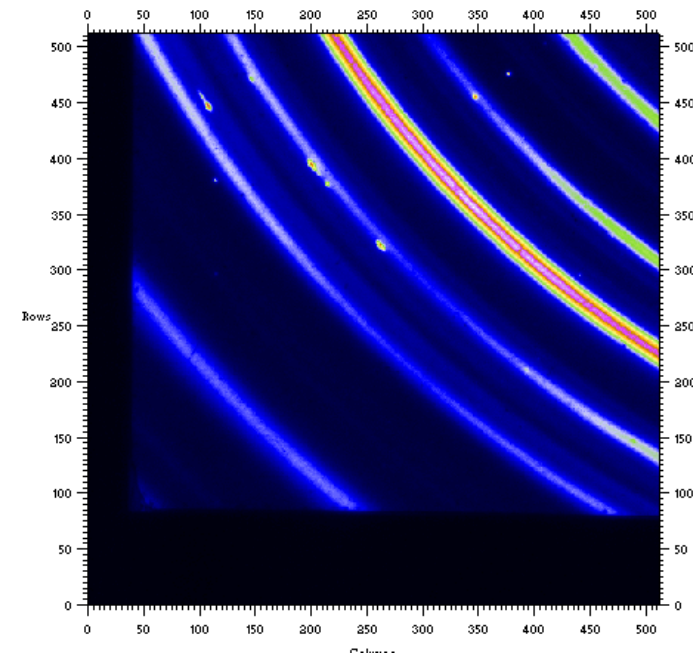


# Transformation martensitique dans l'acier 304

Détermination des niveaux de déformation/contrainte associés à différentes échelles

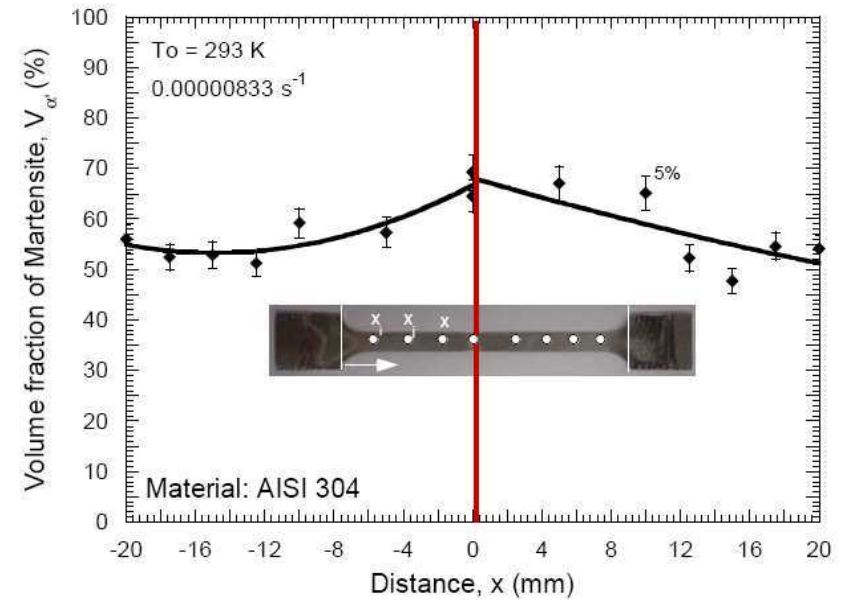
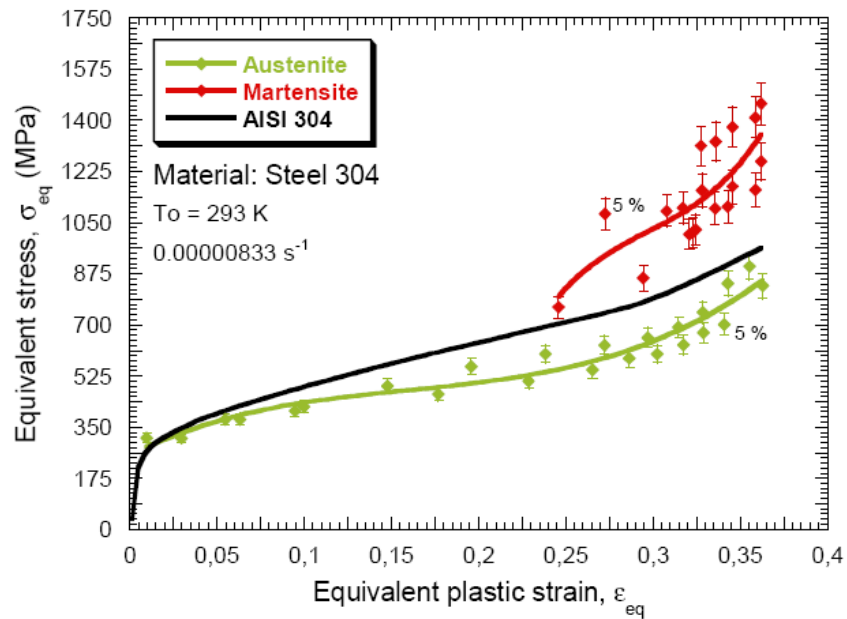


Diffraction des rayons X



Rayonnement synchrotron

# Transformation martensitique dans l'acier 304



Evolution de la distribution de contrainte par phase ; fraction volumique de martensite formée (ex. : température ambiante)

→ contraintes intragranulaires, intraphases : microdiffraction Kossel

# Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

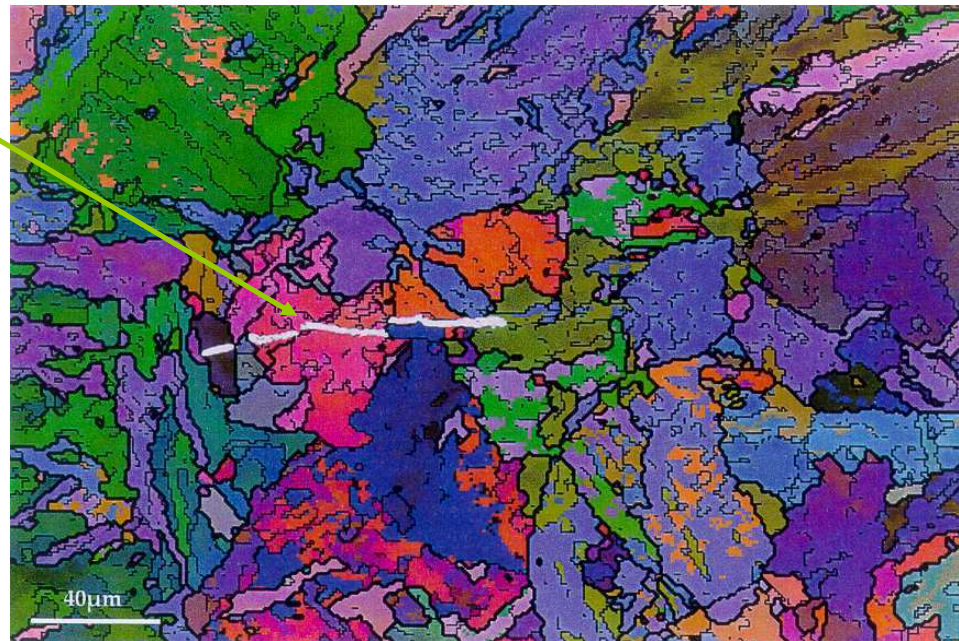
Essais de traction in situ à  $-150^{\circ}\text{C}$  (MEB)

→ site d'initiation des fissures + critères de déviation ou d'arrêt de fissures en fonction de la désorientation entre grains/paquets (EDF, site des Renardières)

Fissures de clivage

**Forte désorientation entre les grains**

→ fissures déviées, voire même stoppées ( $> 40^{\circ}$  [Lambert, 2001]) ?





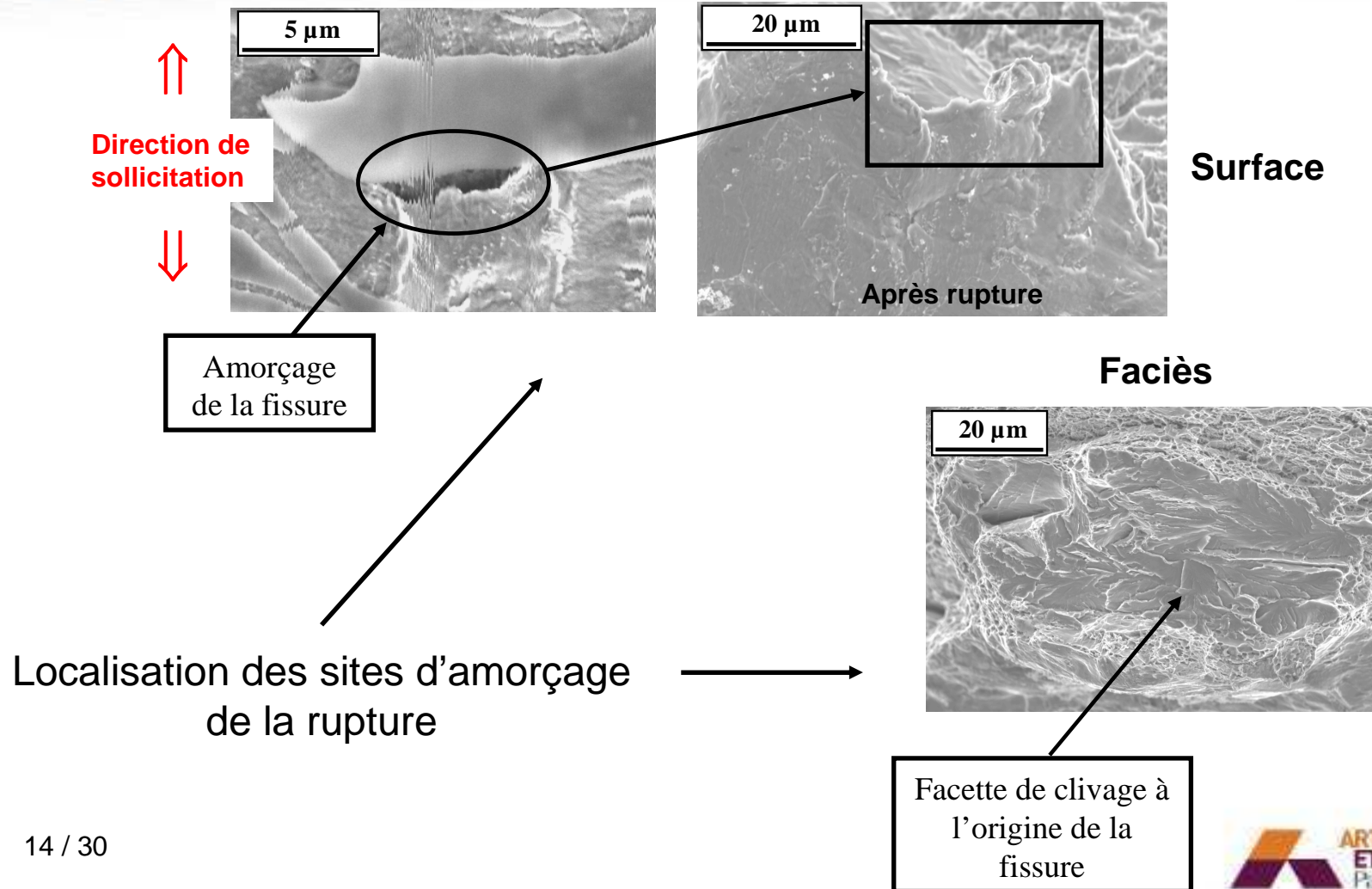
## Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

Observation de la fissuration au cours du chargement :  
éprouvettes entaillées pour localiser la déformation

### Différentes étapes

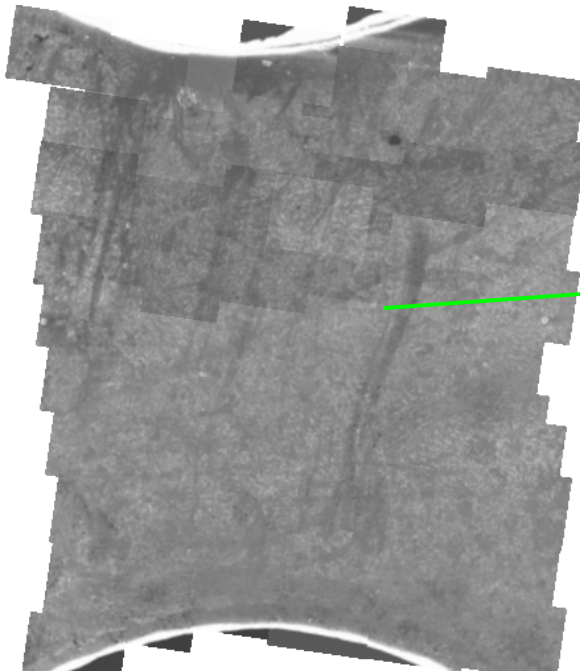
- cartographie initiale de la microstructure (MEB)
- cartographie initiale de l'orientation des différents grains/paquets (EBSD)
- suivi du trajet de fissuration (microstructure + EBSD) : recherche de critères de déviation ou d'arrêt de fissure (désorientation)
- nouvelle cartographie éventuelle de l'orientation des différents grains

# Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

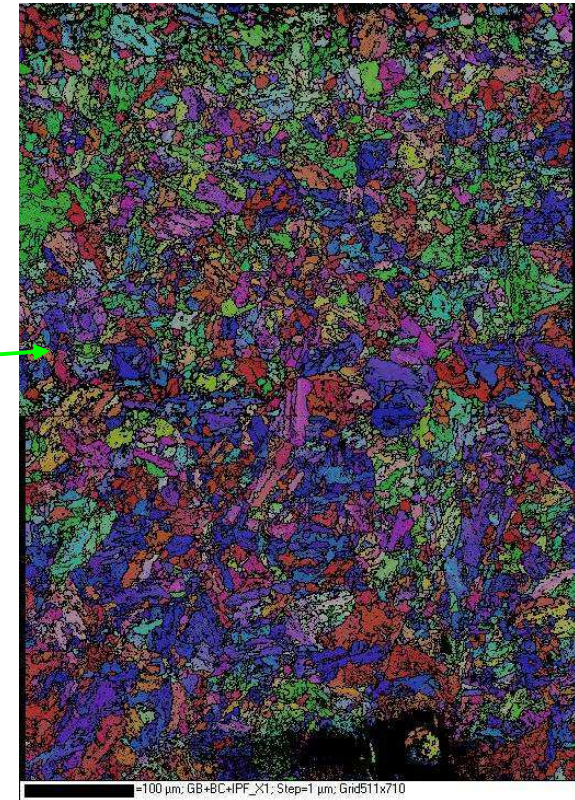
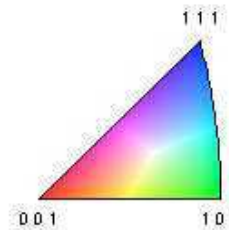


# Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

Suivi du trajet de fissuration



**Microstructure à l'état initial**  
→ + de 100 images de haute résolution

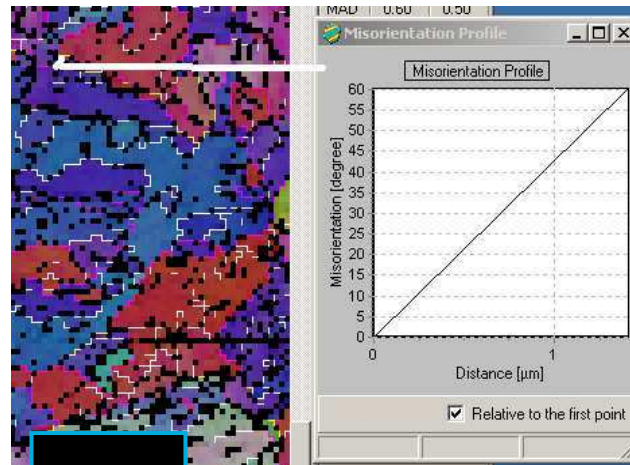
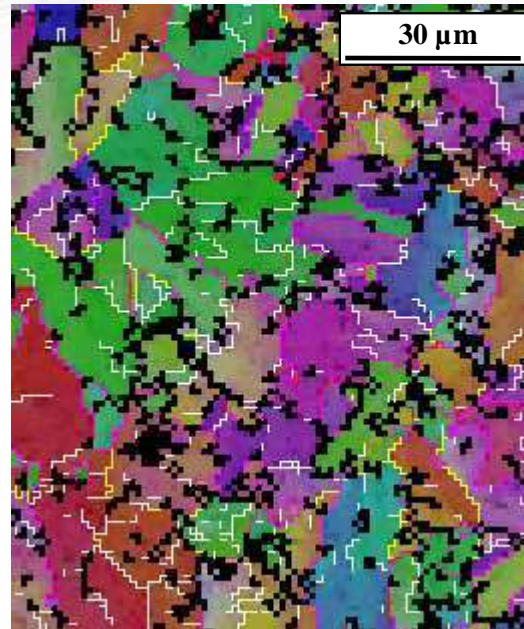


**EBSD à l'état initial (MEB FEG)**

**Corrélation des 2 cartographies très difficile  
car microstructure très complexe**

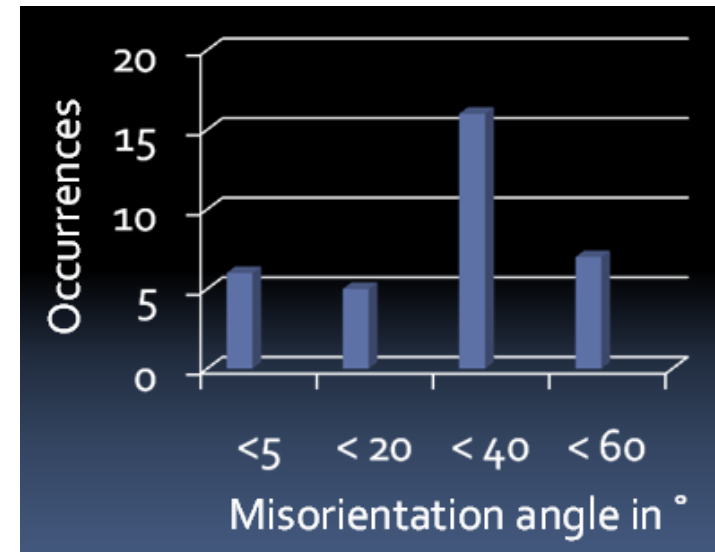
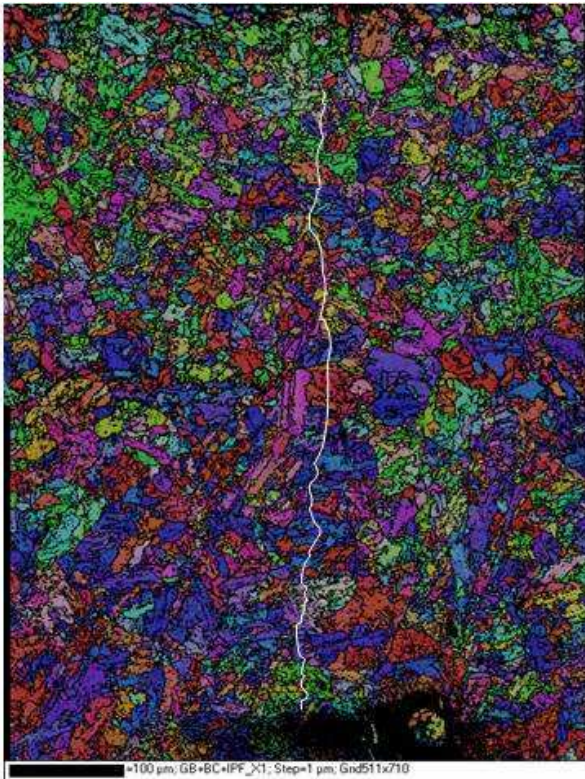
# Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

Cartographie en désorientation avec « 4 bornes » aux joints de grains



Possibilité d'avoir le profil de désorientation le long d'un trajet

## Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

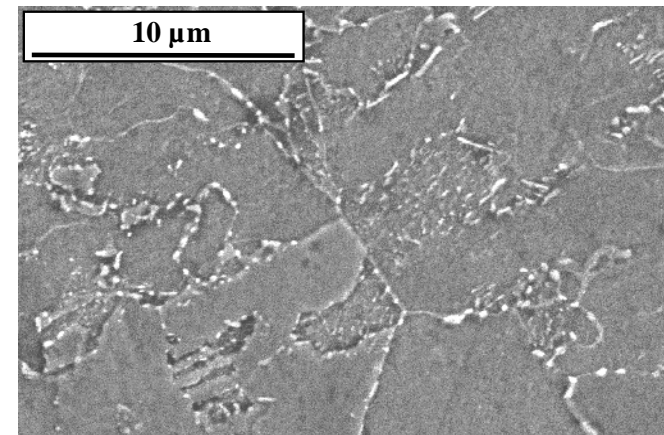
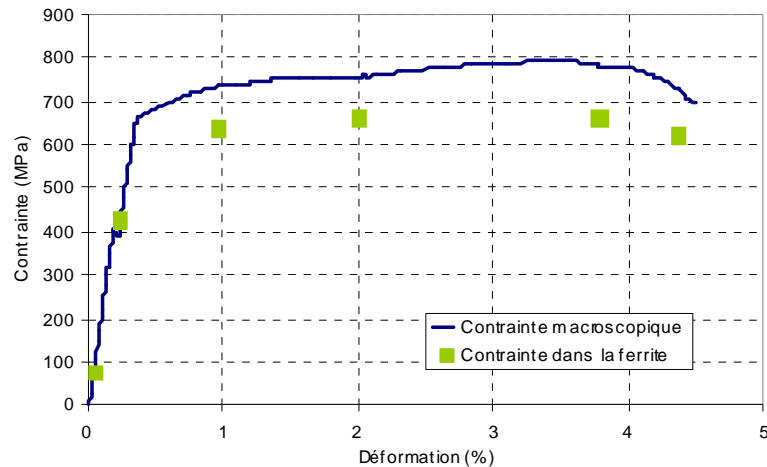


70% des déviations surviennent pour un angle de désorientation  $> 40^\circ$

Critères à affiner : nouvel acier à microstructure « contrôlée » fourni par ArcelorMittal

# Rupture par clivage dans l'acier de cuve 16MND5

Champs de déformation/contrainte associés  
(thèse R. Ouahab) ?



Phase ferritique :  
diffraction des rayons  
X, des neutrons

Cémentite ?

→ grands instruments  
+ microdiffraction Kossel

# Microdiffraction Kossel

## Ordre I

Contrainte macroscopique  
ou pseudo-macroscopique  
(contrainte par phase)

## Ordre II

Contrainte mésoscopique  
(contrainte moyenne  
dans le grain)

## Microdiffraction Kossel



(...)

## Ordre III

Contrainte à l'échelle du  
réseau cristallographique  
(dislocations, ...)

Développement d'un outil d'analyse locale :

- Imagerie à rayons X dans le MEB  
(détecteur 2D)
- Détermination des états de  
déformation/contrainte à l'échelle du micron  
(cuivre, AMF, aciers, piézoélectriques ...)



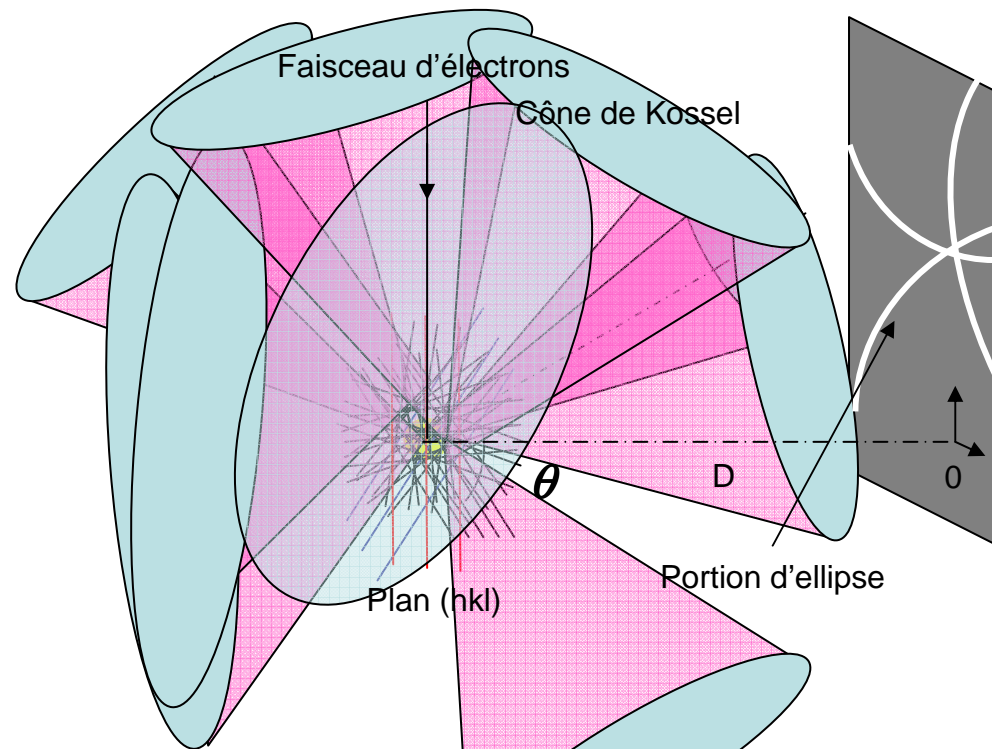
# Microdiffraction Kossel

- Faisceau d'électrons → excitation du matériau → émission de rayons X
- Diffraction des rayons X
- plusieurs réflexions simultanées, dans toutes les directions :  
1 cône émis pour chaque plan diffractant (hkl)
- Sensibilité à la contrainte du réseau de lignes de Kossel

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

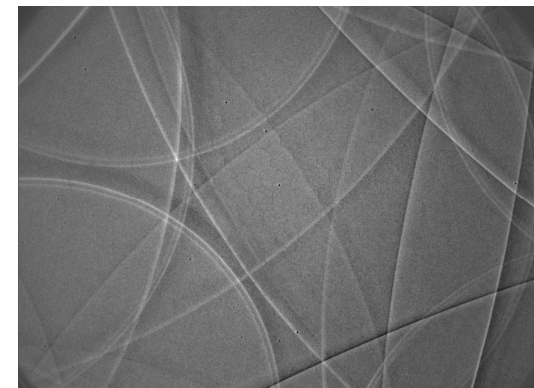
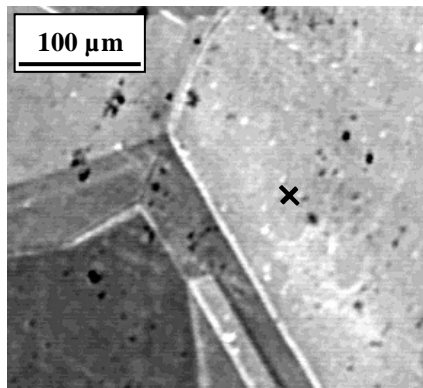
Loi de Bragg

## Principe

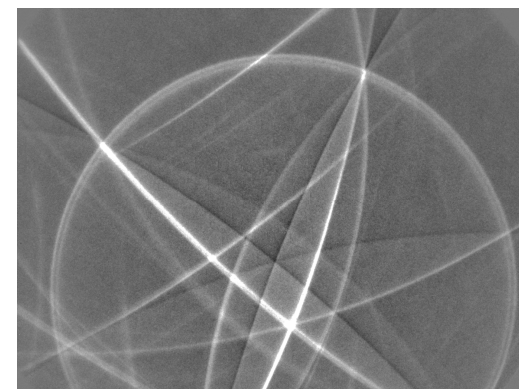
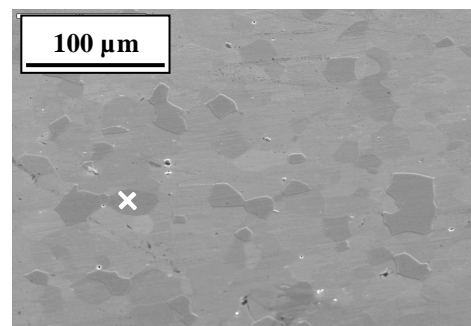


# Microdiffraction Kossel

Alliage de cuivre



Acier ferritique



# Microdiffraction Kossel

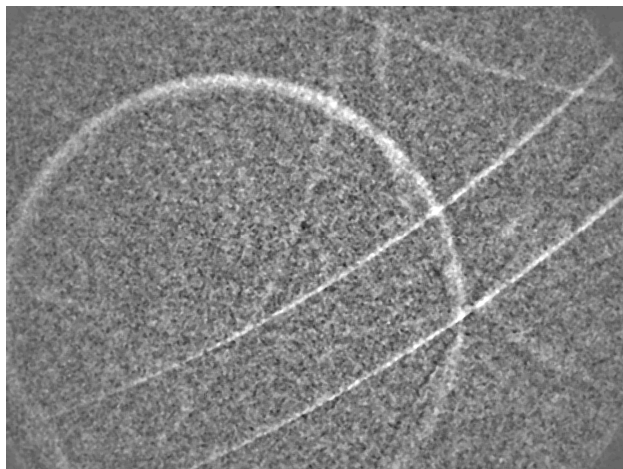
Acquisition avec la caméra n'est pas directe

→ moyenne de plusieurs images

→ soustraction de bruit de fond

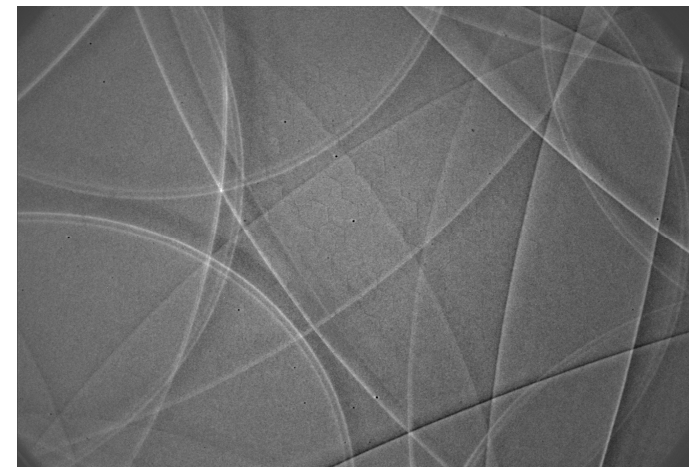
ANR SAKE Thèse  
D. Bouscaud

→ optimisation pour chaque matériau :  
meilleure qualité/définition des lignes de Kossel



Orientation cristallographique

22 / 30

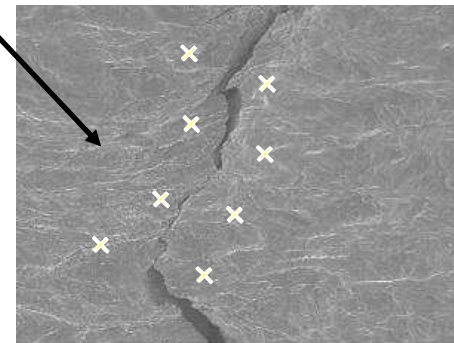
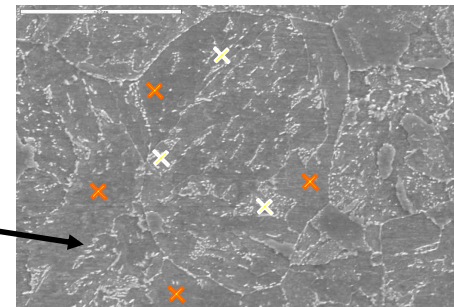
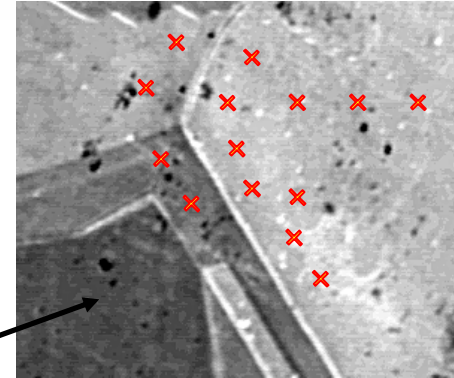


Déformation/contrainte

# Microdiffraction Kossel

## Avantages/possibilités

- Longueur d'onde des rayons X
- « Spot » local de quelques  $\mu\text{m}^3$   
→ déformation/contrainte locale
- Observation simultanée de la microstructure et de son évolution (analyses in situ)  
→ profils/cartographies de contrainte : joints de grains, différentes phases, fissures...
- Analyse rapide



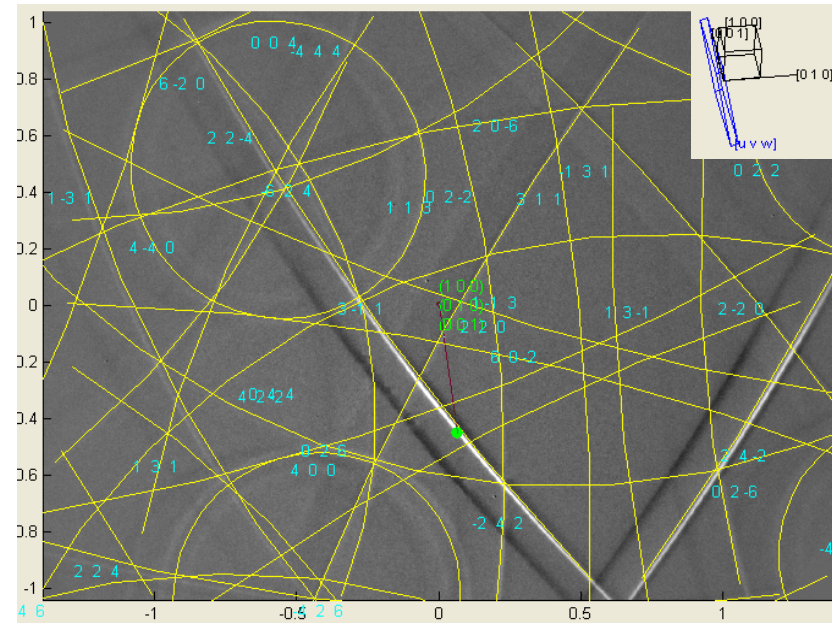
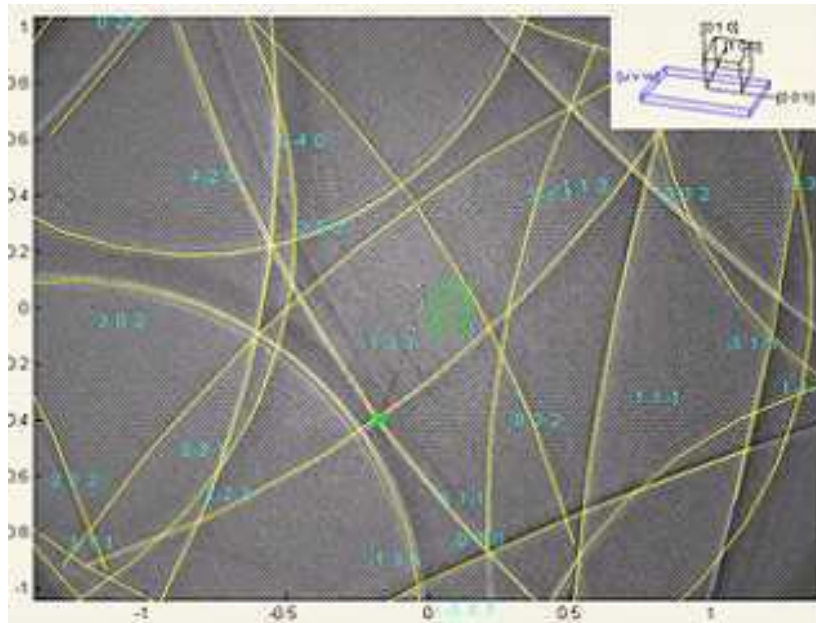
# Microdiffraction Kossel

**Indexation :**  
**orientation cristallographique**

Paramètres

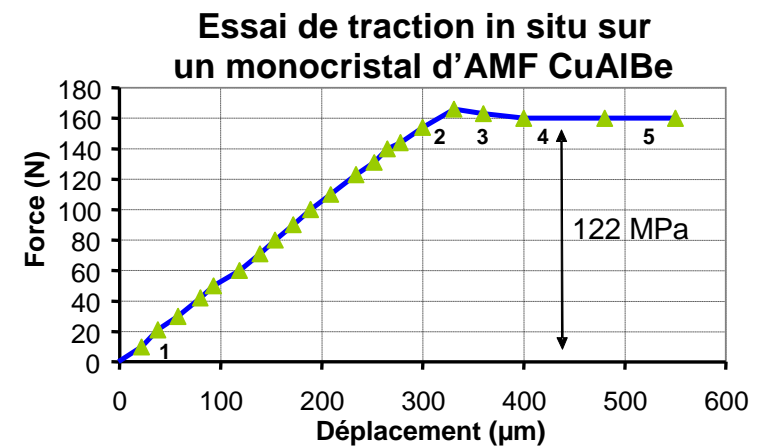
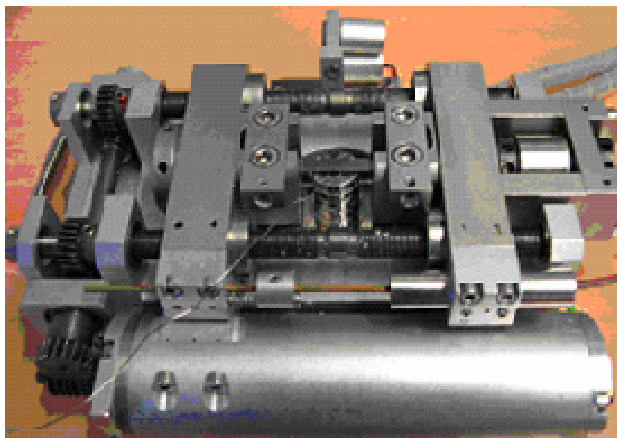
- Distance échantillon-caméra
- Longueur d'onde des rayons X
- Paramètre de maille du matériau

Cuivre et AMF CuAlBe



# Microdiffraction Kossel

## Sensibilité à la contrainte appliquée des lignes de Kossel

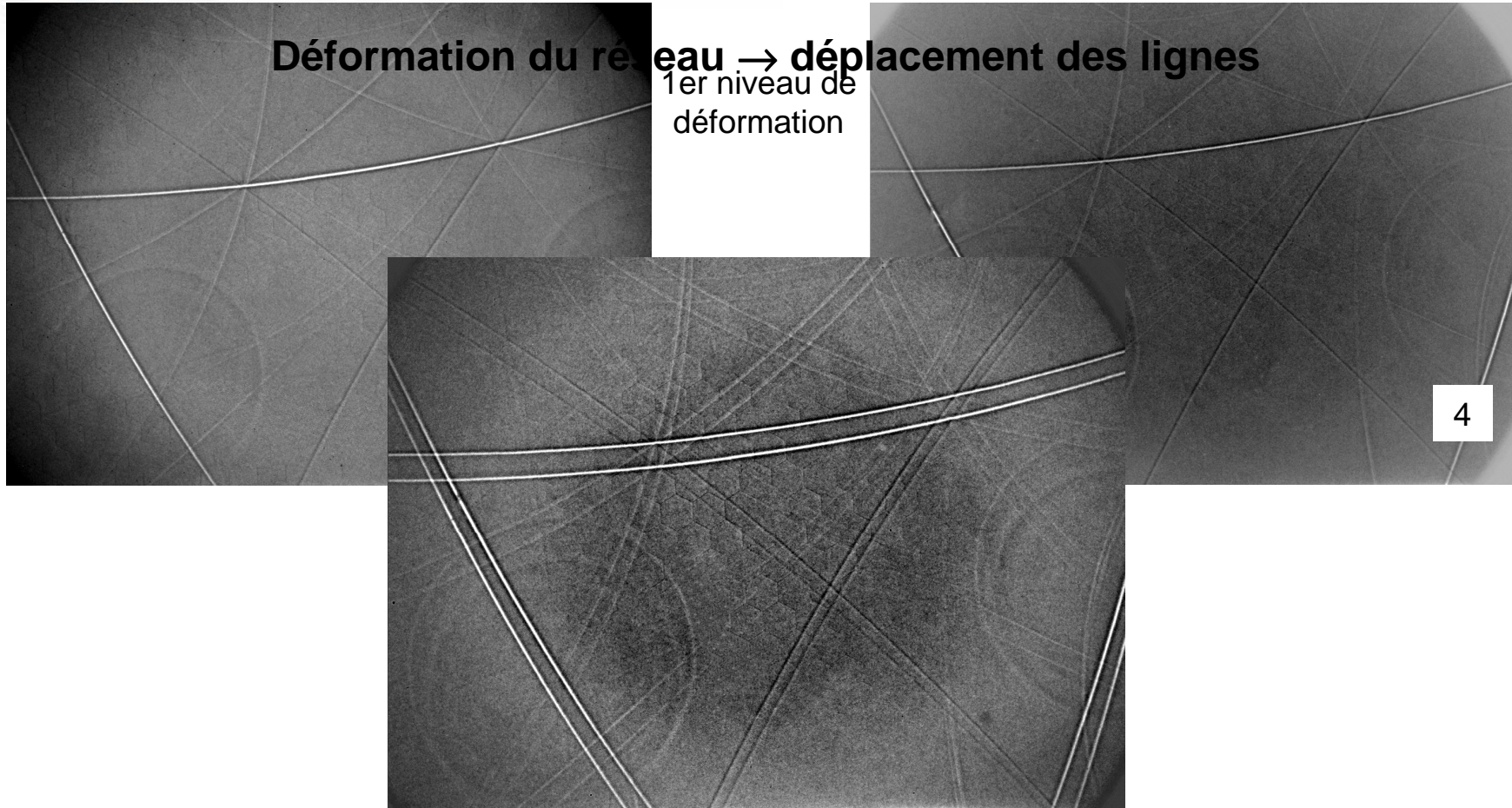


Déformation du réseau

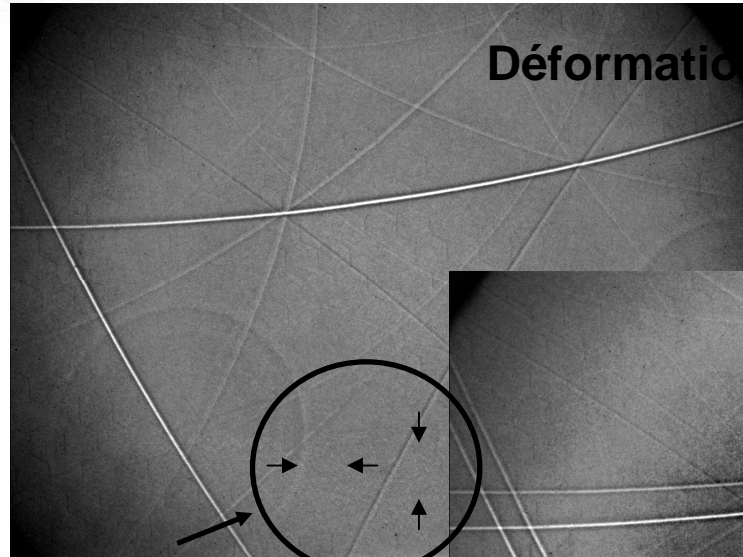


Déplacement des lignes de Kossel

Deux niveaux de déformation dans l'austénite (entre les lattes)

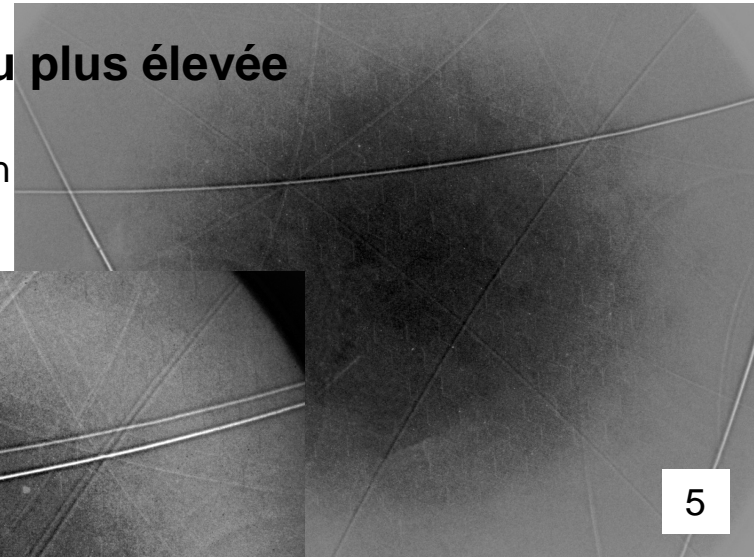


Deux niveaux de déformation dans l'austénite (entre les lattes)

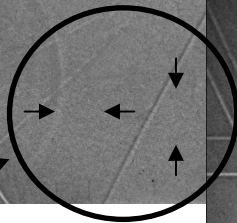


Déformation du réseau plus élevée

2ème niveau  
de déformation

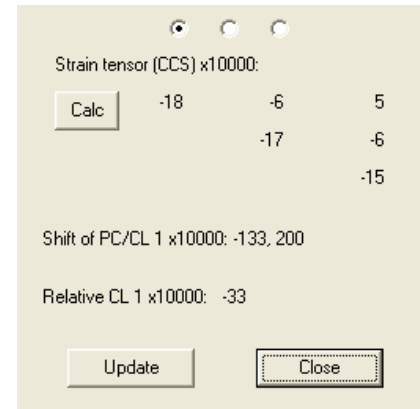
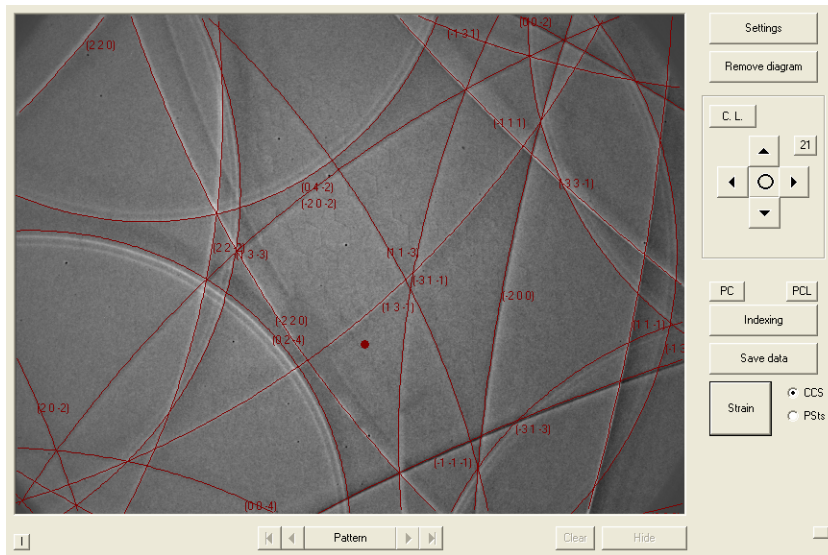
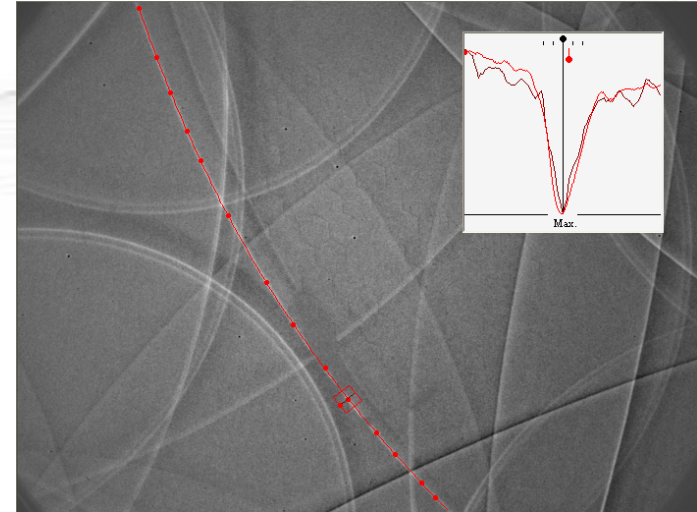


5



Déplacement  
plus  
important

# Microdiffraction Kossel

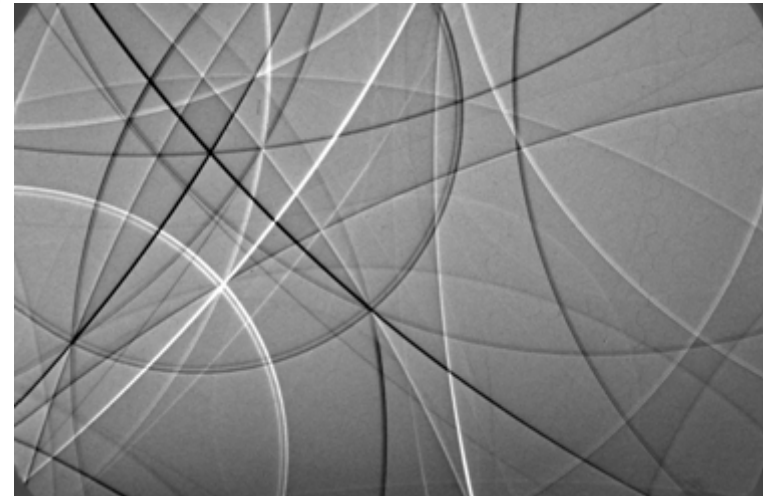


→ précision : sélection optimale des lignes

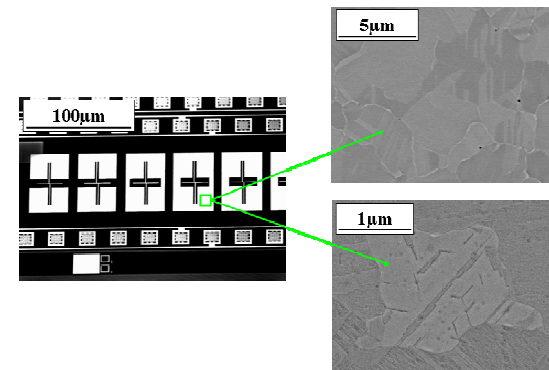
# Microdiffraction Kossel

## Développements-perspectives

- Qualité/précision des clichés : nouvelle caméra CCD
- Optimisation de toute la procédure de calcul de la déformation/contrainte  
→ positionnement automatique des lignes (Hough 3D : ENSMSE)
- Analyses plus locales, submicroniques (chargements in situ)  
→ taille de sonde du MEB-FEG, rayonnement synchrotron
- Cartographies de grains



Acier IF





Merci pour votre attention