



Université des sciences et technologies de Lille

**École Doctorale des Sciences de la Matière, du Rayonnement et de
l'Environnement**

Thèse pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université des Sciences et Technologies de Lille

Science des Matériaux

SALAZAR Daniel

**ÉTUDE DU PARTAGE DE LA PLASTICITÉ CYCLIQUE D'UN
ACIER DUPLEX PAR MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE**

Directeur de la thèse :

**VOGT Jean-Bernard
SERRE Ingrid**

**Professeur, École Nationale Supérieure de Chimie de Lille
Chargée de recherche CNRS (co-encadrant)**

Rapporteurs :

PORTELLA Pedro

**Directeur du département de Génie des Matériaux de
l'Institut Fédéral de Recherche et d'Essai des Matériaux,
BAM – Allemagne**

STOLARZ Jacques

Chargé de recherche HDR, ENSM de St. Étienne

Examineurs :

DEGALLAIX Suzanne

Professeur, École Centrale de Lille

LEÓN José

Professeur, Université Centrale du Vénézuéla

HERMS Emmanuelle

Chercheur CEA Saclay

VOGT Jean-Bernard

Professeur, École Nationale Supérieure de Chimie de Lille

SERRE Ingrid

Chargée de recherche CNRS

Résumé

L'objectif de ce travail est une contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique monotone et cyclique d'un acier duplex (50% α -50% γ) en utilisant la microscopie à force atomique comme technique d'investigation.

Les analyses après sollicitation monotone valident le potentiel de la technique AFM et imposent une identification minutieuse des lignes de glissement en fonction de leurs morphologies et dimensions, dans les grains de ferrite et d'austénite.

En fatigue oligocyclique à faible variation de déformation, en faisant varier la dureté de la ferrite, nous montrons que la réponse macroscopique à la sollicitation cyclique de l'acier duplex hypereffort résulte de la contribution effective des deux phases, α et γ , contrairement à ce qui est proposé dans la littérature. En réalisant des essais de fatigue à variation de déformation élevée et interrompus à différents pourcentages de la durée de vie, les mécanismes d'amorçage de fissure ont pu être proposés. En fonction de la morphologie des îlots d'austénite, de leur répartition et de leur cohérence cristallographique avec la matrice ferritique, certaines extrusions dans l'austénite peuvent générer des zones de haute rugosité dans la ferrite, à la frontière α/γ , qui constituent les sites d'amorçage de fissure dans la phase ferritique. De plus, l'interactivité des deux phases est de nouveau démontrée dans le mécanisme de plasticité cyclique par le transfert progressif de la plasticité de la phase austénitique vers la phase ferritique.

L'ensemble des résultats propose que la plasticité cyclique des aciers duplex est accommodée progressivement et de manière interactive par les deux phases α et γ . De ce fait, la séparation du comportement en fatigue en régimes différents, concept mettant en avant une activité ou passivité de chaque phase selon la déformation imposée, semble être une approche simplifiée ne reflétant pas nécessairement le comportement réel de ce matériau biphasé.

Mots clés: fatigue oligocyclique – amorçage de fissure – techniques d'analyse avancée – rugosité.

Laboratoire de Métallurgie physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)

Université des Sciences et Technologies de Lille

UFR de Chimie

Bâtiment C6, 2ème étage

59655 Villeneuve d'Ascq cedex

Abstract

In order to increase the understanding of monotonic and cyclic plastic deformation mechanisms in multiphase alloys, an intensive research task has been carried out on a Duplex Stainless Steels (DSS-50% α -50% γ) using Atomic Force Microscopy (AFM).

After monotonic deformation, AFM investigations of the surface reveal that this technique is especially promising for the plasticity studies of DSS. It allows high detailed characterisation of different types of slip lines, depending of their morphology, dimensions and the analysed phase, austenite or ferrite.

Concerning the Low Cycle Fatigue behaviour at low strain range, contrary to earlier works, the comparison of the surface topography between two alloys differing by their ferrite hardness (annealed and aged), suggests that the macroscopic cyclic behaviour of the annealed DSS is a consequence of the mutual contribution of the two phases. Performing interrupted fatigue tests at high strain range, High-Rugged (*HR*) areas were identified in ferritic grains and near the α/γ interfaces. The formation of *HR* areas is a consequence of the high surface activity (extrusions) in an austenitic neighbour grain, the relative crystallographic “compatibility” between α/γ grains and the phase distribution. In addition, the close interaction between the two phases was still evidenced, this time as a transfer of the plastic activity from austenite to ferrite.

It turns out that, taking into account the whole results set obtained in this work, the cyclic plasticity of the duplex stainless steels could be explained like a progressive contribution of the activity in the two phases and their interactions. Therefore, the utilisation of different regimes depending of the deformation levels, supported by the individually activity or passivity of each phase, appears to be a simplified explanation that does not illustrate the real cyclic behaviour of this material.

Key-words: low cycle fatigue – crack nucleation – advanced analyse techniques – roughness.

Table des matières

Résumé	3
Résumé en anglais	4
Table des matières	5
Liste des symboles et abréviations	8
Introduction	11
PREMIER CHAPITRE Etude Bibliographique.....	17
I.1. Les Aciers Inoxydables duplex	19
I.1.1. Généralités sur les aciers inoxydables	19
I.1.2. Définition des aciers inoxydables duplex	20
I.1.3. Composition chimique et modes d'élaboration	21
I.1.4. Propriétés générales des DSS	23
I.1.5. Précipitation des phases et des composés intermétalliques fragilisants.....	24
I.1.6. Utilisation industrielle des DSS	26
I.1.7. Conclusions	26
I.2. Généralités sur la fatigue oligocyclique.....	28
I.2.1. Le phénomène de fatigue.....	28
I.2.2. L'essai de fatigue oligocyclique (LCF)	30
I.2.3. L'endommagement par fatigue.....	33
I.2.4. Mécanismes d'accommodation de la déformation plastique	35
I.2.4.1. Cas d'un matériau de structure Cubique à Faces Centrées.....	36
I.2.4.2. Cas d'un matériau de structure Cubique Centrée	37
I.2.5. L'amorçage de fissures en fatigue. Relation volume–surface	38
I.2.6. Conclusions	41
I.3. Comportement en fatigue des aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	43
I.3.1. Comportement à la fatigue oligocyclique des aciers inoxydables duplex	43
I.3.1.1. Accommodation cyclique.....	43
I.3.1.2. Courbe de consolidation cyclique	44
I.3.1.3. Endommagement en surface associé à la déformation cyclique	46
I.3.2. Influence de la microstructure sur la fatigue des DSS.....	48
I.3.2.1. Mode d'élaboration et anisotropie des aciers austéno–ferritiques.....	48
I.3.2.2. Rôle de l'azote sur les propriétés cycliques des DSS.....	50
I.3.2.3. L'effet du vieillissement à 475°C sur les propriétés cycliques des DSS.....	53
I.3.3. Conclusions	57

I.4. Utilisation de l'AFM pour l'étude de l'endommagement en surface des matériaux métalliques après sollicitation cyclique.....	58
I.4.1. Prédiction de la durée à l'amorçage.	60
I.4.2. Utilisation de l'AFM et l'EBSM pour étudier la fatigue des aciers austénitiques.	61
I.4.2.1. Couplage AFM – EBSM.....	61
I.4.2.2. Validation des modèles d'endommagement.....	62
I.4.3. Etude des bandes de glissement et de l'amorçage des fissures dans le laiton- α	65
I.4.4. Conclusions	66
I.5. Conclusion du chapitre I	67
DEUXIEME CHAPITRE Présentation des matériaux et étude préliminaire de l'évolution de la topographie surfacique consécutive à un chargement monotone.....	69
II.1. Matériaux d'étude.....	71
II.1.1. Caractéristiques générales du B6A911.....	71
II.1.1.1. Composition chimique et mode d'élaboration.....	71
II.1.1.2. Caractérisation microstructurale et dureté	72
II.1.1.3. Propriétés en fatigue oligocyclique (LCF).....	76
II.1.2. Caractéristiques générales de l'acier UR52N+.....	77
II.1.3. Conclusions	79
II.2. Etude préliminaire de la localisation en surface de la déformation plastique monotone d'un acier duplex.....	80
II.2.1. Protocole Expérimental	80
II.2.1.1. Eprouvette et montage	80
II.2.1.2. Caractérisation de la surface	82
II.2.2. Résultats et discussion.....	85
II.2.2.1. Caractérisation du relief créé en surface après la sollicitation monotone.....	85
II.2.2.2. Distribution des bandes de glissement.....	88
II.2.3. Conclusions	92
TROISIEME CHAPITRE Contribution des phases de l'acier B6A911 à l'accommodation de la plasticité cyclique à faible amplitude de déformation.....	93
III.1. Introduction	95
III.2. Comportement en fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation de l'acier B6A911	96
III.2.1. Méthodologie	96
III.2.1.1. Traitements thermiques préliminaires	96
III.2.1.2. Eprouvette et montage	97

III.2.2. Résultats expérimentaux	99
III.2.2.1. Comportement cyclique.....	99
III.2.2.2. Structures de dislocations	101
III.3. Etude du relief en surface.....	103
III.3.1. Méthodologie d'analyse en surface par AFM.....	103
III.3.2. Résultats expérimentaux	106
III.3.2.1. Caractérisation du relief en surface	106
III.3.2.2. Distribution du relief en surface	112
III.3.2.3. Données quantitatives du relief en surface des grains austénitiques	117
III.4. Modèle d'estimation de la déformation plastique irréversible en surface après sollicitation cyclique	121
III.4.1. Définition de l'indicateur γ^{irrev} pour l'estimation de la déformation plastique irréversible en surface	121
III.4.2. Estimation de la déformation plastique irréversible en surface	124
III.4.2.1. Déformation plastique irréversible en surface par grain.....	124
III.4.2.2. Déformation plastique irréversible en surface de l'acier duplex BøA911.....	126
III.5. Discussion	130
III.6. Conclusions du chapitre III	133
QUATRIEME CHAPITRE Evolution de l'endommagement en surface lors de sollicitations cycliques à haute amplitude de déformation	135
IV.1. Introduction.....	137
IV.2. Protocole expérimental	138
IV.2.1. Sollicitation mécanique.....	138
IV.2.2. Caractérisation de la surface	138
IV.3. Résultats expérimentaux	142
IV.3.1. Caractérisation et évolution de la rugosité en phase austénitique.....	142
IV.3.2. Caractérisation et évolution de la rugosité en surface des grains ferritiques	147
IV.3.3. Aspects cristallographiques	154
IV.4. Discussion	155
IV.5. Conclusions du chapitre IV	165
CONCLUSIONS.....	167
Bibliographie.....	173
Liste des tableaux	180
Liste des figures	181
Annexes	189

Liste des symboles et abréviations

A	Lignes de glissement observées dans les grains ferritiques et liées à l'activité en surface des grains austénitiques
a	Largeur d'extrusion
A (%)	Total elongation = allongement à rupture
A200	Acier duplex 38% d'austénite vieilli pendant 200 heures à 475°C
A25	Acier duplex 38% d'austénite vieilli pendant 25 heures à 475°C
AFM	Atomic Force Microscope = Microscopie à Force Atomique
a^{norm}	Largeur d'extrusion par rapport à la taille du grain
AOD	Argon Oxygen Decarburising = Décarburation par argon et oxygène
BöA911	Acier inoxydable duplex (50% d'austénite et 0,24%N) produit par Böhler Edelstahl GmbH
BöA920	Acier inoxydable duplex (70% d'austénite et 0,4%N) produit par Böhler Edelstahl GmbH
BSE	Solid State Backscattered Electron Detector = signal donnant une image MEB en mode électrons rétro-diffusés
CC	Structure cristallographique Cubique Centrée
C_e	Exposant de la résistance à la fatigue (loi de Basquin, fatigue endurance)
CECA	Communauté Européenne du Charbon et de l'Acier
CFC	Structure cristallographique Cubique Faces Centrées
C_p	Exposant de ductilité en fatigue (équation de Masson-Coffin, fatigue oligocyclique)
CSSC	Cyclic Stress-Strain Curve = Courbe de consolidation cyclique
D	Plan à 45° par rapport au sens de laminage
d_{grain}	Diamètre de grain
DSS	Duplex Stainless Steels = aciers inoxydables duplex (austéno-ferritique)
E	Module d'élasticité
EBS	Electro Back-Scattered Diffraction = diffraction d'électrons rétro-diffusés
EFE	Energie de Faute d'Empilement
EGM	Modèle <i>Essmann-Gösele-Mughrabi</i>
Extrusions- γ	Extrusions en surface des grains austénitiques
F	Lignes de glissement observées à l'intérieur de grains ferritiques
FEG	Field Emission Gun = canaux d'émission des champs

HCF	High Cycle Fatigue = Fatigue endurance
HT	Acier duplex BøA911 hypertrempé après mise en solution à 1070°C pendant 20 minutes et refroidissement à l'eau
K-S	Relation cristallographique Kurdjumov-Sachs
<i>L</i>	Largeur du monocristal (relation III.1, III.2 et III.3)
L ou SL	Sens de laminage
LCF	Low Cycle Fatigue = Fatigue oligocyclique
LG	Relief type « ligne de glissement »
L_{SB}	Lignes de glissement de hauteur supérieure à 10nm
<i>M</i>	Somme du nombre d'extrusions et de marches dites « mixtes »
$M/\mu\text{m}$	Densité linéaire des marches témoins de la déformation cyclique
$M/\mu\text{m}^2$	Densité surfacique des marches témoins de la déformation cyclique
M/grain	Nombre des marches témoins de la déformation cyclique par grain
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
MO	Microscope Optique
N	Nombre de cycles à rupture
N1.4307	Désignation numérique d'un acier austénitique 304
N1.4462	Désignation numérique d'un acier austéno-ferritique de deuxième génération (22%Cr et 5%Ni)
N_{25}	Nombre de cycles à rupture défini par une chute de 25% de contrainte
N_r	Nombre de cycles à rupture défini par la rupture de l'éprouvette en deux parties distinctes
PSB	Persistent Slip Band = bandes de glissement persistantes
R_a	Rugosité moyenne
R_e	Yield strength = limite d'élasticité
R_m	Charge à rupture
$R_{p0,2}$	Limite conventionnelle d'élasticité à 0,2%
R_e	Rapport de la contrainte minimale à la contrainte maximale en fatigue
SBH	Slip Band Height = Hauteur des lignes de glissement
SBS	Slip Band Spacing = Espacement entre lignes de glissement
SE	Everhart-Thornley detector (Secondary Electron) = signal donnant une image MEB en mode électrons secondaires

S–N	Stress-Number of cycles = diagramme de Wöhler
SPM	Scanning Probe Microscopy = microscopie en champ proche
STM	Scanning Tunneling Microscopy = Microscopie à effet tunnel
S _{SB}	Lignes de glissement de hauteur inférieure à 10nm
T ou TC	Sens travers court ou Plan perpendiculaire au sens de laminage
TL	Sens travers long
UA	Acier duplex 38% d'austénite hypertrempé
UR52N+	Acier inoxydable duplex (50% d'austénite et 0,25%N) produit par Cresout Loire Industrie
V200	Acier duplex B6A911 vieilli pendant 200 heures à 475°C
VOD	Vacuum Oxygen Decarburising = Convertisseur sous vide avec décarburation par oxygène
Zones HR	Zones de haute rugosité observées en surface des grains ferritiques à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$
$\Delta\varepsilon_e$	Variation de déformation élastique
$\Delta\varepsilon_p$	Variation de déformation plastique
$\Delta\varepsilon_t$	Variation de déformation totale
$\Delta\sigma$	Variation de contrainte
$\Delta\sigma_{\max}$	Variation maximale de contrainte
δ	Hauteur d'extrusion mesurée perpendiculaire à la surface
$\varepsilon_a=\Delta\varepsilon/2$	Amplitude de déformation
ε_{pao}	Déformation plastique maximale au 1 ^{er} quart de cycle
$\varepsilon_{\text{plast-cum}}$	Déformation plastique cumulée jusqu'à rupture
γ^{irrev}	Indicateur de « déformation plastique irréversible en surface »
$\gamma_{\text{grain}}^{norm}$	Indicateur de la déformation plastique irréversible en surface par grain
$\delta_{\text{grain}}^{norm}$	« quantité de matière extrudée » pour chaque grain possédant un relief témoin de la déformation plastique cyclique
μ	Facteur de Schmid
σ_a	Amplitude de contrainte
σ_a	Amplitude de contrainte à mi durée de vie en fatigue
σ_{ao}	Contrainte maximale au 1 ^{er} quart de cycle
σ_D	Limite de fatigue ou limite d'endurance (contrainte)

Introduction

Les applications industrielles des aciers inoxydables duplex, caractérisés par une structure biphasée austénite–ferrite, ont augmenté progressivement depuis la conception de la nuance standard 2205 (N1.4462), dans les années 70. Dans un marché mondial des aciers inoxydables avec une croissance d'environ 6% depuis 30ans¹, la production des aciers duplex a connu une augmentation supérieure à 100% dans la dernière décennie. Cet essor paraît évident si l'on considère que les aciers duplex présentent une combinaison unique de bonnes propriétés mécaniques, excellente résistance à la corrosion et un rapport qualité–prix avantageux (balance optimale des éléments d'alliage). Aujourd'hui, les aciers duplex sont largement utilisés pour des applications en milieux très corrosifs (industrie chimique et pétrochimique, cuves de stockage, échangeurs de chaleur, valves de pression...). Néanmoins, grâce à la mise au point de nouvelles nuances très attractives économiquement (notamment les *lean duplex steels*), les perspectives de développement les plus ambitieuses des aciers inoxydables duplex concernent le remplacement des principaux aciers inoxydables monophasés, notamment la nuance 304 (N1.4307), qui représente 80% du marché mondial des aciers inoxydables.

Compte tenu des multiples domaines d'application et de l'extraordinaire potentiel de développement des aciers inoxydables duplex, une maîtrise dans la compréhension de leur comportement, face aux différents phénomènes d'endommagement, est donc indispensable pour connaître leurs limitations et garantir la fiabilité de ce type de matériau. Parmi les phénomènes d'endommagement, la fatigue, constitue l'une des causes principales de la rupture d'éléments industriels. Une série de travaux remarquables, menée par différents auteurs (détaillée par la suite), a rendu possible un avancement considérable dans la compréhension du comportement des aciers duplex soumis à des charges cycliques.

Ce travail de thèse donne suite à une série importante d'activités de recherche, menées au sein du Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux à Lille, dans le domaine de la fatigue oligocyclique d'alliages à teneur élevée en azote, dont un groupe de la famille des aciers duplex fait partie. La réalisation de deux thèses de doctorat et la participation à un projet européen CECA sur le développement des aciers duplex alliés à l'azote constituent plus de dix années d'expérience du laboratoire dans ce domaine. Cependant, du fait de la complexité de la structure biphasée caractéristique des aciers duplex, leurs mécanismes de déformation plastique et leur endommagement restent encore des sujets à approfondir, pour

¹ Charles Jacques. Past present and future of the duplex stainless steels. Duplex International Conference & Expo. Grado, 2007.

lesquels l'utilisation de nouvelles techniques de caractérisation pourrait contribuer à augmenter la précision des informations relatives à ce type d'acier, et aux matériaux métalliques biphasés en général.

Un exemple concret du besoin d'approfondissement dans ce domaine concerne l'accommodation de la plasticité cyclique en fatigue oligocyclique des aciers duplex. Grâce à l'étude de la réponse mécanique macroscopique et des arrangements de dislocations formés au cœur du matériau selon le niveau de déformation imposé, les mécanismes d'accommodation de la déformation dans chaque phase, austénite et ferrite, sont bien connus. Cependant, du fait de l'échelle d'analyse et du manque de données quantitatives liées aux techniques de caractérisation utilisées, la contribution précise de chaque phase au processus de déformation plastique, ainsi que leurs interactions restent encore méconnues.

En offrant la possibilité de générer des données quantitatives en surface à haute résolution, le Microscope à Force Atomique (AFM) est devenu, ces dernières années, l'un des outils les plus pertinents pour l'observation de l'endommagement en surface après déformation plastique. En considérant l'importance de la surface libre des matériaux métalliques comme témoin de l'activité plastique et site préférentiel de nucléation de fissures, cette technique a été remarquablement utilisée pour avancer dans la compréhension de la relation entre les mécanismes d'accommodation de la déformation plastique cyclique développés au cœur et le relief généré en surface des aciers inoxydables monophasés.

Centré principalement sur la plasticité cyclique, le présent travail est donc consacré à l'étude du partage de la déformation plastique dans les aciers duplex en utilisant l'AFM comme technique d'analyse. Pour cela, les différents points évoqués ci-dessous constituent les activités principales développées au cours de ce travail de thèse:

- L'étude statistique de l'activité à l'échelle du grain ainsi que la classification et la caractérisation détaillée du relief en surface, de chacune des phases d'un acier duplex (50% γ -50% α), généré à faible et forte amplitudes de déformation cyclique. Identification précise des sites préférentiels pour la germination des fissures à la surface libre du matériau.
- L'estimation de l'activité plastique cyclique du matériau en utilisant des données quantitatives en surface, à faible amplitude de déformation.

- L'analyse des interactions en surface entre les deux phases de l'acier inoxydable duplex en fatigue oligocyclique à forte amplitude de déformation.

Ce mémoire est composé de cinq chapitres. La première est dédiée à une étude bibliographique, articulée autour des aciers inoxydables duplex, du phénomène de fatigue, du lien entre l'endommagement et la microstructure, et d'une synthèse des principales contributions de l'AFM pour l'étude de l'endommagement en surface des matériaux métalliques après sollicitation cyclique.

Le deuxième chapitre s'attache à la présentation du matériau utilisé et détaille le relief généré en surface de chaque phase de l'acier duplex à différents niveaux de déformation plastique monotone. Ce chapitre permet également d'introduire la technique de caractérisation (AFM) et la méthodologie d'analyse de la surface utilisée dans ce travail de thèse.

La plus grande partie de ce travail de thèse dédiée à l'analyse de la surface de l'acier duplex après sollicitation cyclique est présentée dans deux volets (III et IV). Le chapitre III présente, dans un premier temps, l'étude du relief en surface après rupture et à faible amplitude de déformation. Puis, le chapitre IV détaille une étude de l'évolution du relief, dans une même zone et à différentes étapes de la durée de vie en fatigue, utilisée pour expliquer la réponse à la sollicitation de l'acier duplex à forte amplitude de déformation. Les deux chapitres (III et IV), bien que rédigés de manière indépendante, permettent de comprendre l'interaction entre les deux phases, austénite et ferrite, dans l'accommodation de la plasticité cyclique.

Finalement, une conclusion générale, justifiée par les résultats de ce travail et ceux issus de la littérature, permet de donner une vision globale de la contribution de ce travail à l'état d'avancement des connaissances du phénomène de fatigue oligocyclique dans les aciers duplex. Enfin, des perspectives d'avancement possibles sur le sujet traité sont présentées.

Première chapitre

Etude Bibliographique

I.1. Les Aciers Inoxydables duplex	19
I.1.1. Généralités sur les aciers inoxydables	19
I.1.2. Définition des aciers inoxydables duplex	20
I.1.3. Composition chimique et modes d'élaboration	21
I.1.4. Propriétés générales des DSS	23
I.1.5. Précipitation des phases et des composés intermétalliques fragilisants.....	24
I.1.6. Utilisation industrielle des DSS.....	26
I.1.7. Conclusions	26
I.2. Généralités sur la fatigue oligocyclique.....	28
I.2.1. Le phénomène de fatigue.....	28
I.2.2. L'essai de fatigue oligocyclique (LCF)	30
I.2.3. L'endommagement par fatigue.....	33
I.2.4. Mécanismes d'accommodation de la déformation plastique	35
I.2.5. L'amorçage de fissures en fatigue. Relation volume–surface	38
I.2.6. Conclusions	41
I.3. Comportement en fatigue des aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	43
I.3.1. Comportement en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables duplex	43
I.3.2. Influence de la microstructure sur la fatigue des DSS.....	48
I.3.3. Conclusions	57
I.4. Utilisation de l'AFM pour l'étude de l'endommagement en surface des matériaux métalliques après sollicitation cyclique.....	58
I.4.1. Prédiction de la durée à l'amorçage.	60
I.4.2. Utilisation de l'AFM et l'EBSM pour étudier la fatigue des aciers austénitiques.	61
I.4.3. Etude des bandes de glissement et de l'amorçage des fissures dans le laiton- α	65
I.4.4. Conclusions	66
I.5. Conclusion du chapitre I	67

I.1. Les Aciers Inoxydables duplex

I.1.1. Généralités sur les aciers inoxydables

Les avantages conférés au fer par addition de chrome en ce qui concerne la résistance aux milieux acides, ont été un sujet de grande attention depuis la deuxième moitié du XIX^e siècle. Néanmoins, ce ne sera qu'au début du XX^e siècle que le développement et l'utilisation des aciers à haute résistance à la corrosion (alliages Fe-Cr) auront lieu. De ce fait, ces aciers sont une réponse efficace aux effets dévastateurs de la corrosion sur les aciers au carbone, constatés à cette époque dans diverses applications industrielles.

Un acier est considéré comme « inoxydable » quand sa teneur en chrome est supérieure à 13% en masse, ce qui rend possible l'obtention d'alliages en fer beaucoup plus performants que leurs prédécesseurs (alliages Fe-C), en termes de résistance à la corrosion. Bien que cette dénomination soit directement liée à la quantité de Cr présent dans l'acier, la composition chimique de ces matériaux n'est pas restreinte au trio Fe-Cr-C. Au contraire, c'est l'addition d'éléments d'alliage qui permet, dans certains cas, d'améliorer en parallèle la résistance à la corrosion et d'autres propriétés (principalement mécaniques et physiques) pour adapter l'acier aux conditions d'utilisation. En conséquence, il existe actuellement une large famille d'aciers inoxydables, qui continue encore, 150 ans après leur découverte, de s'étendre, notamment avec les nombreuses applications et l'évolution des procédés industriels d'élaboration.

Il existe de nombreuses façons de classer les aciers inoxydables: par leur teneur en Cr, selon leur méthode d'élaboration, en fonction des caractéristiques physiques des milieux dans lesquels ils sont utilisés, par leurs propriétés mécaniques. Mais c'est peut-être le type de structure cristallographique qui établit la meilleure classification, englobant dans 4 grands groupes les plus importantes similitudes concernant la composition chimique, les propriétés mécaniques, les propriétés physiques, le coût et l'utilisation. Le tableau 1 présente une description de chacun des types d'aciers proposée selon la classification microstructurale (ferritiques, martensitiques, austénitiques et austéno-ferritiques). Cependant cette description n'est pas exhaustive et a été réalisée dans le but de rassembler les caractéristiques générales de chaque famille.

Aciers Inoxydables...	Caractéristiques
Ferritiques	Alliée principalement à du Cr et du C, cette famille d'aciers est connue pour avoir une limite d'élasticité assez élevée mais une ductilité réduite. Les propriétés à la corrosion de ces aciers sont acceptables dans des milieux dont la sévérité est faible. Magnétiques, les aciers inoxydables ferritiques sont ceux qui contiennent le moins d'éléments d'alliages.
Martensitiques	Obtenus principalement par refroidissement rapide de l'austénite, les aciers martensitiques ont aussi comme éléments d'alliages les plus importants le Cr et le C. En ce qui concerne les propriétés mécaniques, ils possèdent une limite d'élasticité plus élevée que les aciers ferritiques.
Austénitiques	Ils contiennent beaucoup plus d'éléments d'alliages, tels que le Ni et le Mo, ce qui les rend plus coûteux. Ils sont très utilisés dans l'industrie chimique pour leurs grandes résistances à la corrosion et leur soudabilité. D'un point de vue mécanique, ils présentent une grande ductilité, en revanche leur limite d'élasticité est plus basse que celle des aciers ferritiques et ils ne présentent pas de température de transition ductile-fragile.
Austéno-Ferritiques	Il s'agit d'alliages avec une structure mixte austénite et ferrite. Grâce à leur excellent rapport qualité-prix (dû à une faible teneur en Ni et un très bon compromis entre résistance mécanique et à la corrosion) ils ont connu un grand essor durant les trois dernières décades. Leurs caractéristiques seront détaillées dans les paragraphes suivants.

Tableau I.1 : Classification des aciers inoxydables selon leur structure cristallographique.

Notons qu'il devient assez fréquent de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure cristallographique et de leur composition chimique, ce qui ajoute deux nouvelles familles à la classification précédente : les super-austénitiques et les super-duplex [Charles 2007].

I.1.2. Définition des aciers inoxydables duplex

Comme son nom l'indique, un acier inoxydable austéno-ferritique est un alliage biphasé composé d'austénite de structure CFC et de ferrite de structure CC. La catégorie « duplex », en anglais Duplex Stainless Steels (notés par la suite DSS), sera réservée principalement aux aciers, au sein desquels les deux phases sont présentes en fraction volumique équivalente

(près de 50% α - 50% γ). La figure 1 montre la microstructure caractéristique d'un acier duplex forgé, où les îlots d'austénite sont alignés, à cause du mode d'élaboration, à l'intérieur d'une matrice ferritique. Cependant, cette microstructure ainsi que la fraction volumique des phases peut varier considérablement par rapport aux aciers duplex coulés.

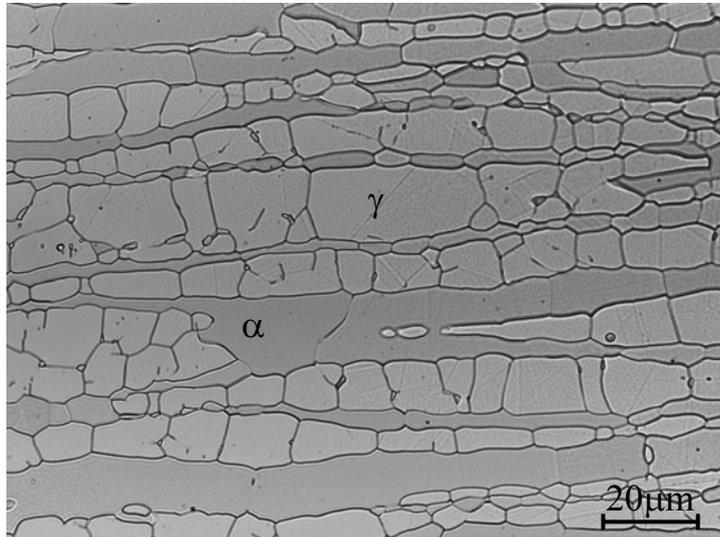


Figure I.1. Microstructure de l'acier duplex 25Cr-7Ni-3,54Mo-0,25N, élaboré par laminage (image M.O).

I.1.3. Composition chimique et modes d'élaboration

De la même façon que pour les aciers austénitiques, de nombreux éléments d'alliage font partie de la composition chimique des DSS pour leur conférer certaines propriétés. Mais l'addition de ces éléments d'alliage joue également un rôle essentiel vis-à-vis de la stabilité des phases. Ils peuvent être classés en deux familles : l'une regroupant les éléments qui favorisent la stabilité de la phase austénitique (aussi appelés éléments gammagènes comme le Ni, C, N, Mn et Co), l'autre rassemblant les éléments alphagènes ou stabilisateurs de la ferrite (tels que Cr, Mo, Nb, V, Ta). Dans le diagramme de Schaeffler (figure I.2), le rôle des éléments γ - et α -gènes est pris en compte pour le calcul respectif du « Ni équivalent » et du « Cr équivalent », permettant de prédire les modes de solidification et les structures obtenues en fonction de la chimie de l'alliage. Il est donc clair, que l'importance du contrôle de la composition chimique des aciers inoxydables est d'autant plus délicat pour les aciers duplex, dans lesquels les moindres variations peuvent induire facilement un changement de fractions volumiques des phases du produit final ou même, dans le pire des cas, faire disparaître la structure biphasée.

Ainsi, le développement des techniques d'élaboration et le suivi précis de la composition pendant la conception ont eu une importance fondamentale dans le développement industriel des nuances austéno-ferritiques. Initialement, les aciers étaient élaborés à partir d'un mélange à l'état fondu d'éléments d'alliage apportés en quantités précises dans un four électrique à haute fréquence. Pour descendre la teneur en carbone et éviter la contamination du bain par l'oxygène ou l'azote, un vide partiel était utilisé pour assurer la décarburation et la désoxydation. Il était très difficile d'assurer la reproductibilité de ce type de structure. Les très hautes teneurs en oxygène et en carbone généraient des problèmes de fragilité des produits finaux. Il a fallu attendre l'invention des procédés d'affinage AOD (décarburation par argon et oxygène) et VODC (convertisseur sous vide avec décarburation par oxygène), pour pouvoir obtenir un taux de carbone très faible (et des taux résiduels d'oxygène et de soufre très faibles également), et maîtriser les proportions des phases, grâce au contrôle précis de la composition chimique.

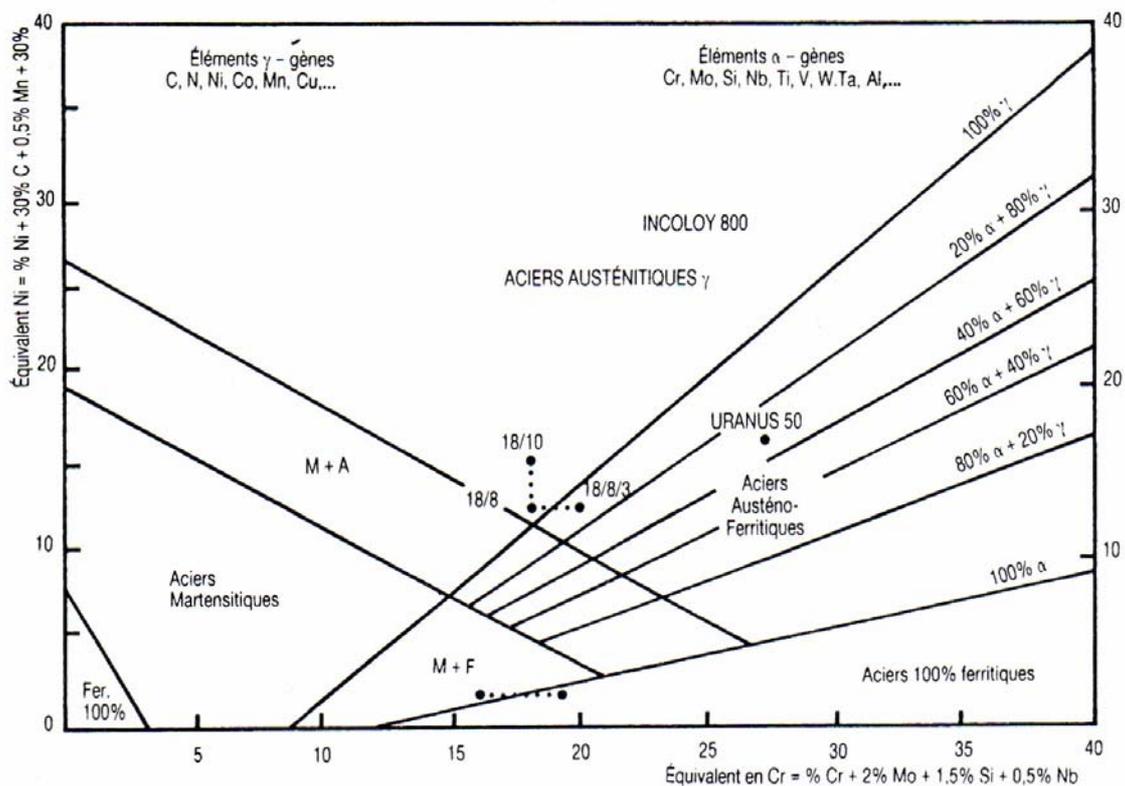


Figure I.2 : Diagramme de Schaeffler, structures brutes de solidification obtenues par dépôts des soudures. [Lacombe 1990]

D'autre part, les aciers austéno-ferritiques se solidifient avec une structure initiale ferritique et ce n'est qu'au cours du refroidissement qu'une partie de la ferrite en phase solide se transforme en austénite (aidée par la présence des éléments γ -gènes) pour former la structure biphasée. Par conséquent, une fois la chimie de l'alliage correctement ajustée, c'est la température du bain liquide et la vitesse de refroidissement qui doivent être contrôlées pour obtenir les fractions volumiques désirées dans le produit final.

I.1.4. Propriétés générales des DSS

En termes de *propriétés mécaniques*, les aciers duplex se trouvent entre leurs prédécesseurs monophasés ferritiques et austénitiques. Les limites d'élasticité sont élevées, normalement le double de celles des austénitiques et dans certaines nuances elles peuvent atteindre des valeurs similaires aux limites d'élasticité des aciers inoxydables ferritiques. La ductilité reste satisfaisante, plus basse que celle des austénitiques mais supérieure à celle des aciers monophasés ferritiques et des autres aciers (figure I.3). Ce compromis peut être expliqué par la structure biphasée de l'alliage: la phase γ permet de conserver la ductilité et la ténacité du matériau tandis que le durcissement est principalement conféré par la ferrite. La résilience des aciers α/γ reste très bonne, même à basses températures, et aucune transition ductile-fragile n'est observée. Le comportement en fatigue des aciers duplex sera présenté en détail dans la partie 3 de cette étude bibliographique.

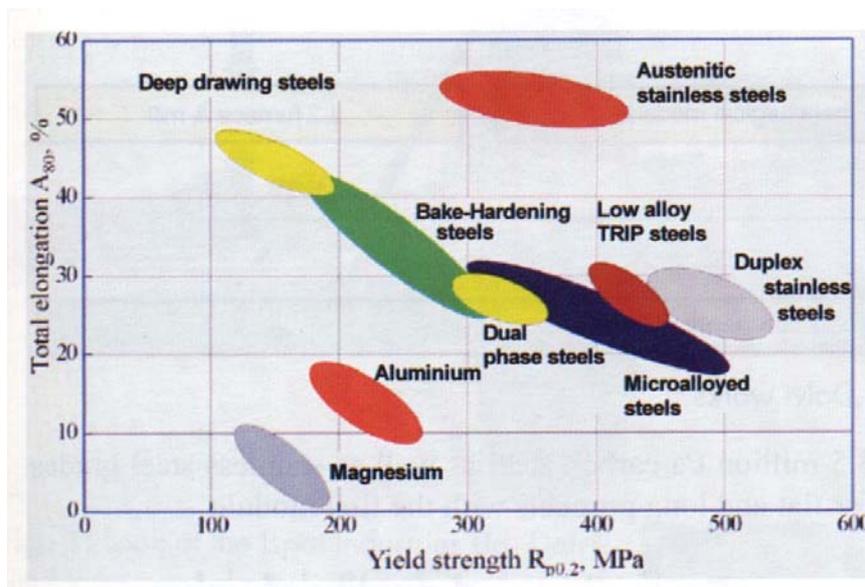


Figure I.3 : Propriétés mécaniques monotones des aciers et de certains matériaux métalliques [Speidel 2003].

Certains traitements thermiques et la composition chimique de la nuance peuvent influencer les propriétés mécaniques. Une augmentation des teneurs en Cr, Mo, Ni et Cu conduit à un durcissement par solution solide de substitution dans chacune des deux phases. Certains éléments peuvent aussi jouer un rôle bénéfique dans les propriétés mécaniques des DSS en modifiant l'une des deux phases, c'est le cas de l'azote. Du fait de la différence de solubilité de cet élément dans l'austénite et la ferrite (très faible dans la phase CC par rapport à la phase CFC), l'addition d'azote conduit à un durcissement considérable de la phase γ (par solution solide interstitielle), ce qui entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques des aciers austéno-ferritiques, et ce avec très peu d'effet nocif sur la ductilité. D'autres propriétés, comme la résistance à la corrosion par piqûres, sont aussi renforcées par l'addition d'azote.

Concernant les *propriétés physiques*, les DSS présentent une conductivité thermique élevée et un faible coefficient de dilatation. Ces propriétés, alliées à leur bonne résistance mécanique font des aciers duplex des matériaux de choix pour les composants des échangeurs de chaleur. La présence de ferrite (proche de 50% de la fraction volumique), confère aux aciers austéno-ferritiques un caractère magnétique, caractéristique à considérer dans le choix des méthodes et outillages de mise en forme.

La *résistance à la corrosion* constitue l'un des principaux atouts qui ont conduit au développement industriel remarquable des aciers inoxydables duplex. Grâce à leur teneur élevée en Cr et Mo, ils présentent comme caractéristiques majeures une excellente résistance à la corrosion localisée, à la corrosion intergranulaire et en particulier à la corrosion sous contrainte.

I.1.5. Précipitation des phases et des composés intermétalliques fragilisants

La diversité des éléments d'alliages contenus dans les aciers duplex conduit à une haute sensibilité de ces nuances aux traitements thermiques. En fonction de la température de refroidissement, d'un soudage inapproprié ou de différents traitements thermiques, certains éléments d'alliage favorisent les formations de précipités ou intermétalliques, pouvant entraîner des conséquences néfastes sur les propriétés mécaniques et de corrosion. Ceci est dû à l'appauvrissement en éléments d'alliages en solution solide. Ces effets thermiques peuvent affecter les deux phases des aciers duplex. Pourtant, la précipitation des phases non désirées

concerne en majeure partie la phase ferritique, car elle présente des vitesses de diffusion plus élevées que la phase austénitique et possède, en même temps, une quantité plus importante de Cr et de Mo (éléments α -gènes), constituants privilégiés des intermétalliques.

Etant conscient de la diversité des phénomènes d'évolution structurale dans les aciers duplex du fait des traitements thermiques, seuls trois exemples les plus emblématiques, seront brièvement présentés par la suite : la précipitation de carbures et nitrures, la formation de la phase σ et la transformation α - α' , aussi connue sous le nom de « fragilisation à 475°C ».

Dans les nuances avec additions d'azote maîtrisées, les aciers duplex sont susceptibles de former des **nitrures** de chrome (Cr_2N , de structure hexagonale) à des températures proches de 900°C. Les nitrures de chrome peuvent précipiter, dans les joints de grains ou de phases (α/α et α/γ), en même temps que les carbures de chrome Cr_{23}C_6 (ils ont des enthalpies de formation assez proches). Seule l'hypertrempe de l'acier à partir de 1050-1150°C permet d'exclure la précipitation des nitrures et carbures, connus pour diminuer la résistance à la corrosion et pour contribuer à la fragilisation de la structure biphasée [Ladwein 2007].

Parmi les différents composés intermétalliques pouvant apparaître entre 600 et 1000°C dans la phase ferritique, c'est la **phase σ** qui suscite le plus grand intérêt, du fait de son effet considérable sur les propriétés mécaniques, notamment la perte drastique de résilience et de ductilité. Cet intermétallique, composé de Fe, Cr, Mo et Ni, peut apparaître très rapidement dans les nuances avec des additions de chrome supérieures à 22% et de molybdène supérieures à 2,5%. Ce phénomène peut être évité, dans certains cas, par la limitation des teneurs en Mn, P, Si (σ -gènes) dans la composition chimique, et par l'addition d'azote en quantité supérieure à 0,15%, connu pour son effet retardateur dans l'apparition des intermétalliques [Lacombe 1990].

Les aciers duplex, comme les aciers inoxydables ferritiques à teneur élevée en chrome, peuvent présenter un durcissement important de la phase α à des températures inférieures à 600°C. Sur le plan industriel, ce durcissement s'accompagne d'une fragilisation de l'alliage, connue comme le phénomène de **fragilisation à 475°C**. Le maintien à des températures d'exposition supérieures à 280°C, entraîne un partage de la phase ferritique en zones enrichies en Cr (phase α') et zones enrichies en Fe (phase α), expliquant l'augmentation de la dureté et la diminution de la déformabilité du matériau. La phase α' peut se former par décomposition spinodale (entre 280 et 475°C) ou par germination et croissance (températures plus élevées).

Cependant, pour le cas des aciers duplex, où la teneur en chrome est très importante dans la ferrite (habituellement supérieure à 23%), la décomposition spinodale semble être le mécanisme principal [Brown 1991].

I.1.6. Utilisation industrielle des DSS

Grâce à la synergie entre une excellente résistance à la corrosion, de bonnes propriétés mécaniques et un rapport qualité-prix très attrayant (basse teneur en Ni par rapport aux aciers austénitiques), les aciers inoxydables duplex ont rapidement trouvé de nombreuses applications industrielles. Les utilisations les plus importantes des DSS se situent dans l'industrie chimique et les installations d'extraction du pétrole off-shore, du fait de leur résistance remarquable à la corrosion, notamment à la corrosion sous contrainte dans les milieux contenant des chlorures et de l'hydrogène sulfuré. Cependant, la création de toute une famille de nuances d'aciers duplex a rendu possible l'adaptation de ces matériaux aux différents besoins industriels, à tel point qu'actuellement ils sont aussi utilisés comme composants dans les cuves de stockage (terrestre et maritime), les échangeurs de chaleur, les valves de pression, dans le domaine de la dépollution, des pâtes à papier et finalement pour remplacer les aciers inoxydables austénitiques dans diverses applications, notamment les aciers AISI 304 et le 316.

I.1.7. Conclusions

Les aciers inoxydables constituent une grande famille de différentes nuances, de résistance à la corrosion élevée, caractérisées par un minimum de 13% de Cr dans leur composition chimique. D'autres éléments sont ajoutés en proportions diverses, ce qui leur confère différentes caractéristiques intéressantes (microstructure, propriétés physiques et mécaniques). Dans cette famille, les aciers inoxydables duplex sont des alliages composés d'une fraction volumique équivalente d'austénite, et de ferrite. Le contrôle adéquat et très précis de la composition chimique pendant leur élaboration permet d'obtenir la structure biphasée désirée. Cependant, le nombre élevé d'éléments d'alliages confère aux DSS une haute sensibilité aux traitements thermiques, pouvant altérer considérablement leurs propriétés.

Une faible teneur en Ni par rapport aux aciers austénitiques, ainsi qu'un très bon compromis entre leurs propriétés mécaniques (ductilité satisfaisante et résistance mécanique bien plus importante que celle des austénitiques) et leur remarquable résistance à la corrosion, permettent aux aciers inoxydables duplex de présenter un excellent rapport qualité-prix. Ceci les rend très attractifs pour beaucoup d'applications qui impliquent de fortes sollicitations mécaniques en milieu très corrosif, mais aussi pour remplacer des matériaux très utilisés comme les aciers inoxydables austénitiques AISI 316 et plus récemment les AISI 304.

I.2. Généralités sur la fatigue oligocyclique

I.2.1. Le phénomène de fatigue

L'endommagement par fatigue regroupe tous les changements de propriétés d'un matériau suite à l'application de charges d'intensité variable dans le temps dont la répétition peut générer la rupture de la pièce en service. Même si la rupture finale peut être liée à la contribution de plusieurs phénomènes d'endommagement, on estime que plus de 70% des ruptures des éléments d'une structure ont pour origine la fatigue. Le danger principal de ce phénomène repose sur la répétition de charges pouvant être inférieures à la limite d'élasticité conventionnelle du matériau. Cette répétition est capable de générer un endommagement très localisé, sans nécessairement présenter des modifications apparentes de la forme et de l'aspect macroscopique de la pièce, mais pouvant conduire à la rupture brutale de celle-ci.

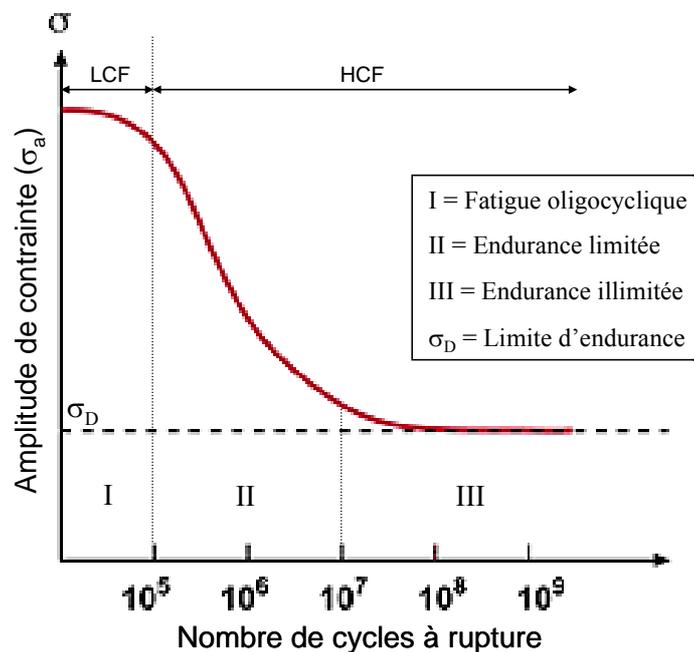


Figure I.4. Diagramme de Wöhler.

En fatigue, le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture d'une pièce (N_r) dépend principalement des niveaux de contrainte (σ) ou de déformation imposée (ε) et de

l'environnement. On peut constater cette dépendance à l'aide du diagramme de Wöhler, qui constitue l'une des courbes les plus répandues pour caractériser la résistance à la fatigue d'un matériau. Pour un matériau donné, des éprouvettes normalisées sont soumises à des sollicitations périodiques à différents niveaux de contrainte, permettant de tracer le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée (figure I.4.). On distingue sur cette courbe trois domaines définis ci-après.

Zone de fatigue oligocyclique: elle correspond à de forts niveaux de contraintes (entre $R_{p0,2}$ et R_m). La rupture survient après un petit nombre de cycles ($N < 10^5$) et elle est précédée d'une déformation plastique notable. Dans ce domaine, une faible augmentation de la contrainte entraîne une forte diminution de la durée de vie, qui peut être décrite par l'équation de Manson-Coffin reliant l'amplitude de déformation plastique au nombre de cycles à la rupture :

$$\Delta \varepsilon_p = cte(N_{25})^{C_e} \quad \text{avec} \quad \begin{array}{l} C_e = \text{exposant de résistance à la fatigue} \\ N_{25} = \text{Nombre des cycles produisant une chute de 25\% de} \\ \text{la contrainte par rapport à celle au cycle stabilisé} \end{array}$$

Zone d'endurance limitée: dans ce domaine la rupture est atteinte après un nombre de cycles qui croît de façon linéaire avec la réduction de la contrainte. Le matériau est sollicité dans une zone proche du domaine élastique et les durées de vie de l'ordre de 10^5 à 10^7 cycles peuvent être définies par la loi de Basquin :

$$\Delta \sigma = cte(N_{25})^{C_p} \quad \text{avec} \quad C_p = \text{exposant de ductilité en fatigue}$$

Zone d'endurance illimitée, ou zone de sécurité: pour des niveaux de contraintes très faibles, la rupture n'a pas lieu avant 10^7 à 10^9 cycles et la durée de vie semble alors illimitée. On se situe au niveau de l'asymptote dans la courbe de Wöhler (figure I.4.), définissant la limite d'endurance ou limite de fatigue, σ_D .

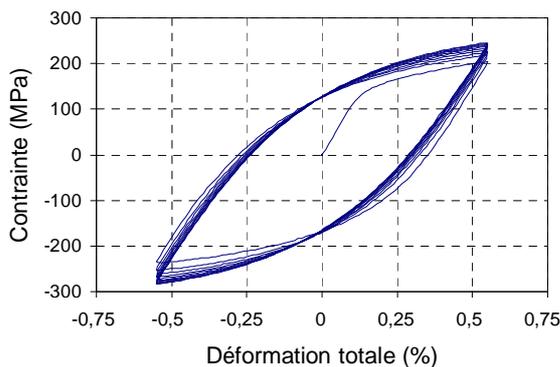
Ainsi, les essais utilisés pour caractériser la résistance à la fatigue d'un matériau peuvent être classés, entre autres, selon la durée de l'essai. Comme le montre la figure I.4., tous les essais de longue durée (plus de 10^5 cycles) peuvent être regroupés sous le terme d'essais de fatigue endurance ou *high cycle fatigue* (HCF), tandis que l'on utilisera le terme de *low cycle fatigue* (LCF) ou essais de fatigue oligocyclique pour le cas des essais de courte durée (moins de 10^5 cycles).

I.2.2. L'essai de fatigue oligocyclique (LCF)

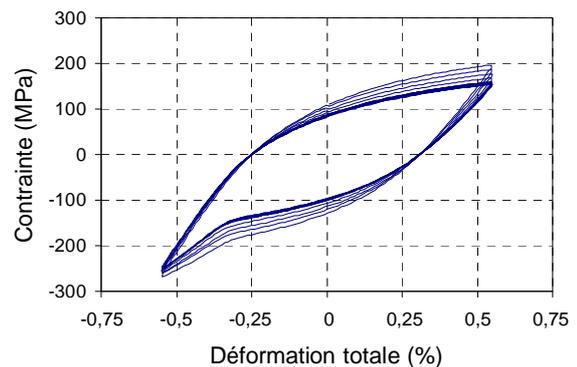
Lorsque le niveau de sollicitation macroscopique sur la structure dépasse la limite d'élasticité, il est judicieux de caractériser les matériaux dans le domaine oligocyclique. L'essai de fatigue oligocyclique consiste à soumettre une éprouvette lisse à une déformation cyclique imposée d'amplitude constante.

De façon générale, pour obtenir les informations principales de ces essais, des boucles d'hystérésis qui représentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'un cycle sont relevées au cours de l'essai (figure I.5) et l'évolution de la contrainte est reportée en fonction du nombre de cycles (figure I.6). Ces deux types de courbes permettent alors d'analyser la consolidation cyclique (relation contrainte-déformation) du matériau. Finalement, la courbe de résistance à la fatigue oligocyclique est obtenue à partir d'une série d'essais réalisés à différents niveaux de déformation.

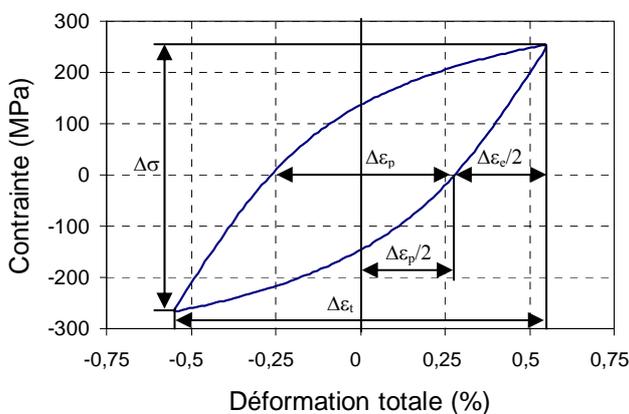
(a) 10 premiers cycles



(c) 10 derniers cycles avant rupture



(b) boucle à mi-durée de vie



$\Delta\varepsilon_t$: Variation de déformation totale
 $\Delta\varepsilon_e$: Variation de déformation élastique
 $\Delta\varepsilon_p$: Variation de déformation plastique
 $\Delta\sigma$: Variation de contrainte

Figure I.5. Evolution de la boucle d'hystérésis au cours de l'essai de fatigue oligocyclique pour un acier austénitique 316L testé à 300°C.

Quand une éprouvette est soumise à une déformation imposée, les contraintes maximales et minimales varient au cours de l'essai. Comme le montre la figure I.5.a, durant les premiers cycles, les contraintes varient très sensiblement, c'est la phase d'*accommodation* du matériau. On parle d'*adoucissement cyclique* si l'amplitude de contrainte diminue. Si l'amplitude de contrainte augmente, le matériau présente un *durcissement cyclique*. Certains matériaux peuvent présenter les deux comportements (le plus fréquemment : un durcissement suivi d'un adoucissement) et ses caractéristiques (durées et magnitudes) dépendent aussi des paramètres d'essais et du matériau.

Après la phase d'accommodation, la contrainte cyclique se stabilise et les boucles d'hystérésis n'évoluent plus, c'est la *période de stabilisation*. Les valeurs de contrainte enregistrées pendant cette période et le cycle à mi-durée de vie sont considérées comme les données représentatives du comportement en fatigue pour des conditions d'essais données (figure I5b).

En fin d'essai, lors de la propagation en volume de la fissure macroscopique, une dissymétrie des boucles d'hystérésis et une diminution significative de la contrainte en traction sont observées (figure I.5.c). La durée de vie ou nombre de cycles à rupture conventionnel est définie comme le nombre de cycles produisant une chute de 25% de la contrainte maximale en traction par rapport à celle au cycle stabilisé.

Comme le montre la figure I.6.a, l'évolution de la contrainte est finalement tracée de manière conventionnelle en fonction du logarithme du nombre de cycles, ceci afin de bien mettre en évidence la période d'accommodation cyclique. Pour étudier les étapes postérieures de l'accommodation cyclique, on utilise une représentation linéaire (figure I.6.b).

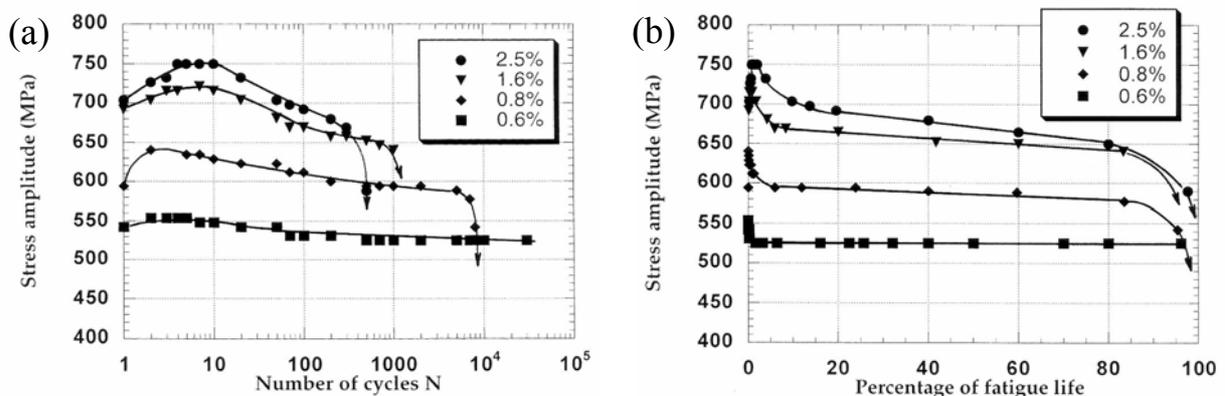


Figure I.6. Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction (a) du nombre des cycles, (b) de la fraction de durée de vie pour un acier duplex forgé 24Cr-5,48Ni-3,27Mo-0,15N [Vogt 1999].

Les représentations analysées dans les paragraphes précédents permettent à l'utilisateur de relier le comportement microstructural d'un métal à sa réponse cyclique correspondant. Pour une application industrielle donnée, la courbe de résistance à la fatigue donne l'information nécessaire pour tous ceux qui veulent prendre en compte le phénomène de fatigue dans la conception d'un appareil. Ce diagramme relie la variation de déformation au nombre de cycles entraînant la rupture (figure I.7). Pour le cas de la fatigue oligocyclique, le terme « courbe Manson-Coffin » est d'utilisation fréquente.

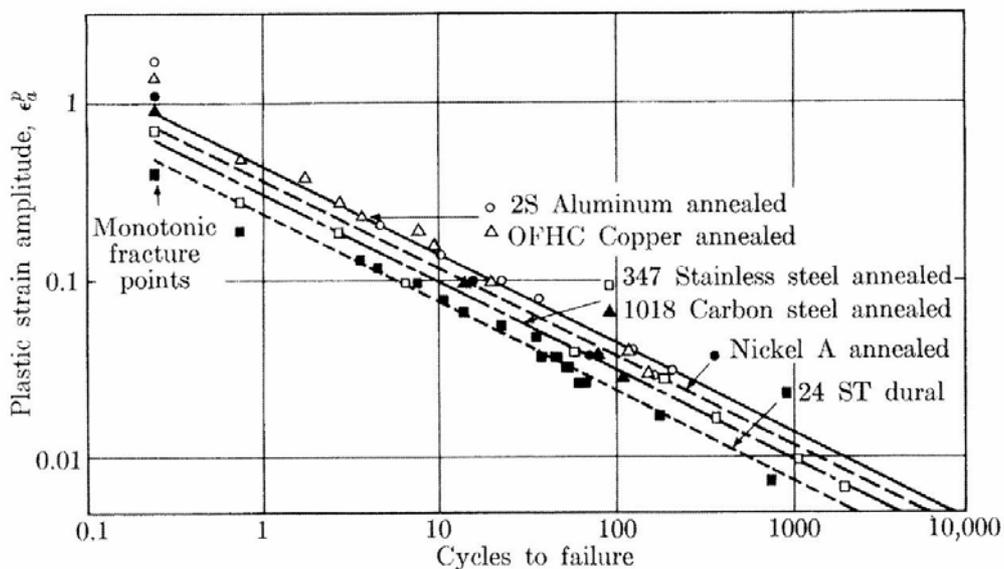


Figure I.7. Courbes Mason-Coffin pour divers alliages métalliques [Lemaignan 2003].

La fatigue oligocyclique est devenue une méthode très utilisée pour étudier la résistance cyclique des matériaux métalliques. Bien que les efforts appliqués soient souvent largement supérieurs aux conditions de service, des études récentes montrent que les mécanismes impliqués dans la fatigue oligocyclique ont une ressemblance importante avec ceux de la fatigue endurance [Xu 2005]. De plus, grâce à la possibilité d'appliquer les valeurs voulues du paramètre essentiel de l'endommagement cyclique (l'amplitude de déformation plastique), il est possible d'étudier de façon plus précise les mécanismes d'endommagement et l'évolution des propriétés, tout en permettant de diminuer de façon considérable le nombre de cycles à rupture (normalement moins de 10^5 cycles) et en conséquence la durée des essais.

I.2.3. L'endommagement par fatigue

En fatigue oligocyclique, l'endommagement peut être décomposé en deux étapes distinctes : l'étape d'amorçage (l'accommodation de la déformation plastique, l'émergence des extrusions en surface et l'amorçage des microfissures) et la propagation des fissures (la fissure courte, son évolution en surface et ensuite la propagation des fissures en volume conduisant à la rupture brutale du matériau) :

- **L'amorçage:** dès que les premiers effets de la localisation de la déformation plastique se manifestent, les microfissures associées aux extrusions–intrusions peuvent se former en surface. Elles sont appelées *fissures courtes* en raison de leur taille qui est proche d'un paramètre microstructural, en l'occurrence la taille de grain. Leur comportement diffère des fissures longues par leur vitesse et le mécanisme d'avancée. Le développement des arrangements des dislocations capables d'accommoder la déformation plastique imposée et la modification du relief en surface qui précède l'amorçage des premières microfissures, seront abordés plus en détail dans la section suivante.
- **La propagation des fissures:** La formation des fissures courtes dont la taille n'excède pas celle du grain peut se produire au cours des 10 premiers pourcents de la durée de vie (sous de fortes amplitudes de contrainte). L'extension d'une telle microfissure est limitée par les joints des grains qui agissent ainsi comme une *barrière structurale* (figure II.8.a gauche). Alors que certaines de ces microfissures se trouvent bloquées entre deux joints de grain, de nouveaux amorçages peuvent apparaître dans d'autres grains. La seconde évolution de la microfissuration peut occuper la majeure partie de la durée de vie du matériau (entre 10 et 90%). En effet, une extension par *croissance cristallographique* vers les grains voisins permet d'obtenir des fissures dont la taille est de l'ordre de 3 diamètres de grain, mais de nouveau, la croissance en surface et en volume est freinée par les nouvelles barrières structurales (figure II.8.a droite). La troisième étape concerne l'augmentation de la longueur de la microfissure par effet de *coalescence* de ces microfissures (figure II.8.b). L'extension s'effectue plus facilement en surface qu'en volume où une énergie supplémentaire est nécessaire pour franchir cet obstacle en volume (figure II.8.c). Les microfissures peuvent avoir des tailles de l'ordre de 10 diamètres de grains. Finalement, durant les derniers pourcentages de la durée de vie, la *propagation en volume* n'est possible que pour un nombre limité de

ces fissures. Durant cette étape, la croissance de la fissure jusqu'à rupture peut être décrite à l'aide de la mécanique linéaire de la rupture, et aussi en considérant les facteurs pouvant conduire aux effets de fermeture des fissures au cours du cyclage [Vogt 2000].

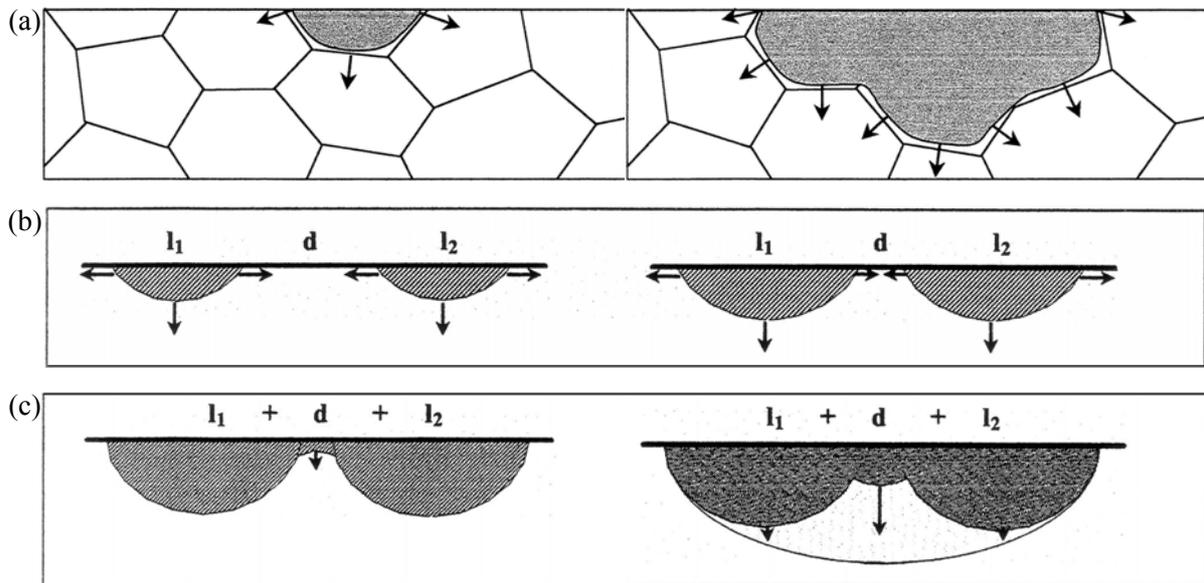


Figure I.8. (a) Evolution d'une fissure de dimension la taille de grain par croissance cristallographique et blocage aux joints de grain, (b) formation d'une microfissure par phénomène de coalescence et (c) passage d'une microfissure de surface à une fissure de volume.[Stolarz 2000]

Les stades d'accommodation et amorçage sont étudiés en réalisant des essais de fatigue amorçage sur des éprouvettes lisses, soit de longue durée (fatigue endurance), soit de courte durée (LCF). Les essais de fatigue propagation réalisés sur des éprouvettes entaillées, avec une fissure unique, sont utilisés pour l'analyse du stade de propagation.

Comme indiqué précédemment, lors de la réalisation d'un essai de fatigue oligocyclique à déformation totale imposée, la contrainte, et par conséquent la déformation plastique, évoluent plus ou moins progressivement vers un état stable avec le nombre de cycles. Durant cette période, la structure du matériau évolue de façon à s'adapter à la déformation cyclique qui lui est imposée. Le stade d'accommodation est suivi de l'amorçage des fissures localisées, le plus souvent, à la surface de l'éprouvette. Finalement, au bout d'un certain nombre de cycles, il est possible d'observer qu'une de ces microfissures se propage plus rapidement que les autres de manière stable, pour ensuite conduire à la rupture de l'échantillon.

La durée de chacun de ces stades de l'endommagement par rapport à la vie totale de la pièce dépend principalement des conditions d'essai et des propriétés intrinsèques du matériau. Sous de faibles amplitudes de contrainte, au voisinage de la limite d'endurance, ces deux stades peuvent représenter jusqu'à 90% de la vie en fatigue de la pièce. On constate donc que les différentes étapes de l'endommagement par fatigue sont fortement liées les unes aux autres et en même temps, l'intensité des changements qui ont lieu dans chacun de ces stades est assez différente.

I.2.4. Mécanismes d'accommodation de la déformation plastique

L'utilisation de la microscopie électronique à transmission a permis, entre autres, de montrer que l'accommodation de la déformation plastique cyclique (dans le volume d'un matériau soumis à sollicitation cyclique), se fait grâce à la création de dislocations et à leurs mouvements (glissement) et leurs interactions. Selon la déformation imposée et la microstructure du matériau (structure cristalline), ces dislocations vont plus ou moins rapidement évoluer vers des configurations de basse énergie.

Les métaux où l'accommodation de la plasticité cyclique s'effectue par glissement des dislocations peuvent présenter différents modes de glissement qui dépendent du niveau de déformation, mais aussi de l'énergie de faute d'empilement (EFE), comme décrit par exemple [Vogt 2000]. Les matériaux avec une EFE élevée présentent un glissement « dévié » des dislocations : les dislocations peuvent dévier très facilement pour franchir un obstacle. Les métaux à faible EFE montrent un glissement des dislocations « planaire » : les dislocation se recombinent difficilement empêchant l'emprunt de plan de glissement dévié. Dans ce dernier cas, les dislocations auront tendance à rester confinées dans leur plan de glissement, et ainsi seront distribuées de manière homogène. De plus, cela diminue l'irréversibilité du glissement comme c'est le cas lorsque le glissement dévié est prépondérant.

Une description générale de l'évolution des structures de dislocations selon la déformation cyclique imposée est présentée pour la structure cubique centrée (CC) et la structure cubique à faces centrées (CFC), qui sont respectivement les structures cristallines de la ferrite et de l'austénite, phases constituantes des aciers duplex.

I.2.4.1. Cas d'un matériau de structure Cubique à Faces Centrées

Le métal qui a été étudié le plus en détail du point de vue de l'évolution de la microstructure en fatigue est le cuivre. Un grand nombre d'études sur différents matériaux de structures cristallographiques similaires, comme les travaux menés par Bernard et al [Bernard 1984] sur l'acier 316, montrent une importante similitude avec les résultats sur le cuivre, offrant la possibilité d'utiliser ce matériau comme modèle pour décrire le processus d'accommodation de la plasticité et l'évolution de la microstructure dans les CFC.

A des niveaux de déformation proches de la limite d'endurance, la structure de dislocations est formée de veines riches en dislocations, séparées par des canaux pauvres en dislocations (figure I.9a). Cette structure appelée « matrice », se caractérise par une faible capacité à accommoder la déformation plastique.

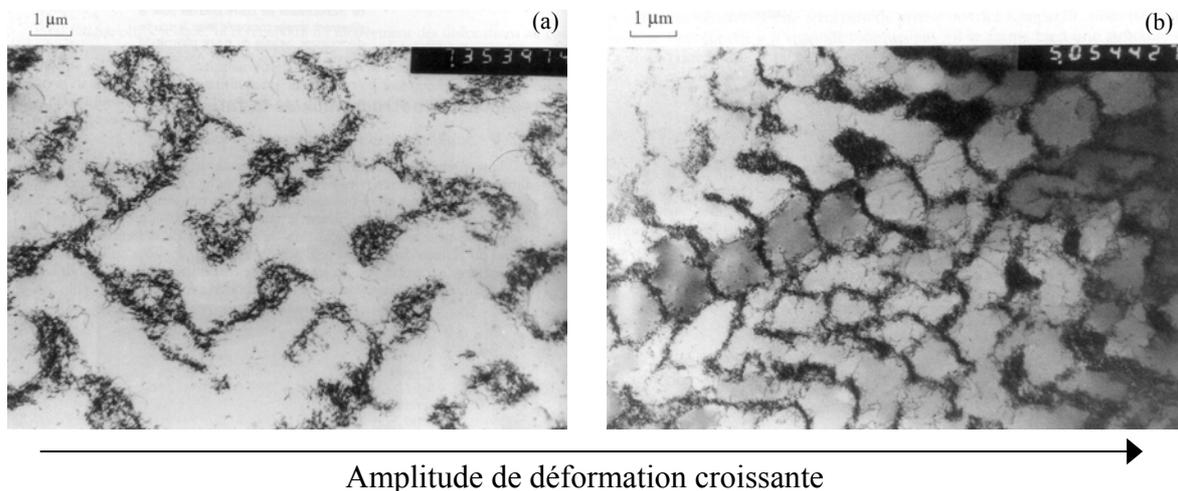


Figure I.9. Structures de dislocations dans le cuivre pur fatigué, (a) phase matrice pour les faibles amplitudes de déformation, (b) structure en échelle des bandes de glissement persistantes [Philibert 1988].

Avec l'augmentation du niveau de déformation, on observe une instabilité de la structure en matrice et la formation d'une nouvelle structure : la structure en échelle (*ladder-like structure*). Celle-ci correspond aux bandes de glissement persistantes (PSB, figure I.9b) et concentre la majeure partie de la déformation plastique cyclique. Dans la PSB, la fraction volumique des murs riches en dislocations coins est bien plus faible que dans la phase matrice. Ces murs permettent de générer des boucles de dislocations qui se déplacent, évoluent et interagissent dans les canaux ce qui assure l'accommodation de la déformation

cyclique. Le taux de création de dislocations compensé par un taux d'annihilation voisin permet d'assurer un état d'« équilibre dynamique » caractéristique du régime du cycle stabilisé et génère une quantité de défauts ponctuels importante.

Plus l'amplitude de déformation plastique augmente, plus nombreuses seront les bandes persistantes de glissement jusqu'à ce que le matériau soit occupé entièrement par la structure en échelle. A ce moment là, cette configuration devient incapable d'accommoder une quantité de déformation plastique supérieure. Le glissement multiple généralisé se manifeste et la structure cellulaire se forme.

Ce comportement est général dans les métaux et alliages à structure CFC avec une énergie de défaut d'empilement (EFE) élevée. Par contre, dans le cas des alliages de même structure cristalline mais avec une faible énergie de défaut d'empilement (par exemple le cuivre allié avec le zinc et les aciers inoxydables austénitiques fortement alliés à l'azote) un glissement planaire est favorisé et les bandes persistantes ne sont plus observées. Cependant, la formation de cellules est possible à déformation élevée.

I.2.4.2. Cas d'un matériau de structure Cubique Centrée

Le processus d'accommodation de la déformation plastique cyclique dans les matériaux CC est assez différent et dépend fortement de la température et de la vitesse de déformation. Ces deux paramètres agissent sur la différence de mobilité entre dislocations coin et vis.

On a coutume de séparer les mécanismes de plasticité en deux régimes appelés « régime basse température » et « régime haute température ». Dans le « régime basse température », les dislocations coins sont plus mobiles que les dislocations vis. Dans le régime « haute température, la différence de vitesse est négligeable. Dans le régime basse température, la multiplication des dislocations est très difficile et l'accommodation de la déformation plastique est rendue possible par le mouvement réversible et alterné de segments de dislocations coin mobiles. En prenant comme exemple le fer- α , à basses amplitudes de sollicitation, les structures observées sont constituées uniquement de long segments vis. Avec l'augmentation du niveau de la déformation plastique, le glissement multiple apparaît ainsi que la formation de la structure cellulaire (figure I.10). Dans le régime haute température, les dislocations vis et coin ont la même mobilité et des boucles de dislocations isotropes se déplacent dans les plans de glissement. Aux faibles amplitudes de déformation, la structure en

échelle peut se former, notamment dans le cas des aciers inoxydables ferritiques [Petre nec 2006]. On observe alors une structure qui est proche de celle observée dans les matériaux de structure CFC à haute énergie de défaut d'empilement.

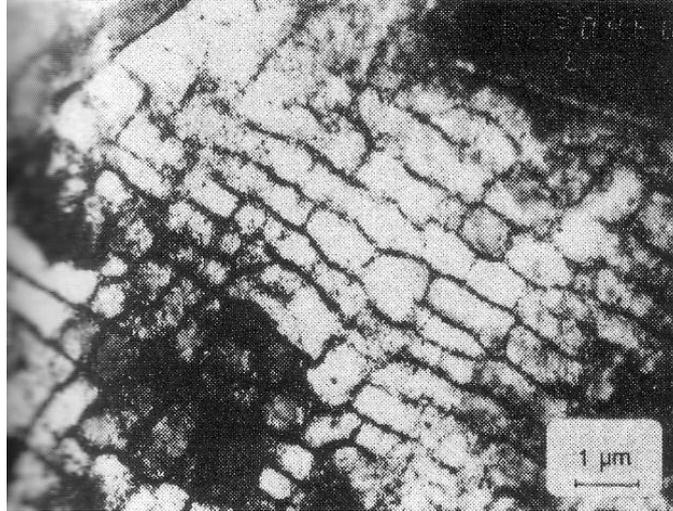


Figure I.10. Structure cellulaire de dislocations dans un acier ferritique faiblement allié, régime basse température [Roven 1991].

I.2.5. L'amorçage de fissures en fatigue. Relation volume–surface

La sollicitation mécanique d'un matériau conduit à générer des dislocations, qui se déplacent et interagissent pour former des structures plus ou moins stables. Ces phénomènes qui ont lieu au cœur du matériau ont des répercussions à sa surface. Un relief caractéristique du mode de sollicitation et de la microstructure sera créé au cours de la sollicitation mécanique.

Pour le cas d'un matériau en traction, les lignes de glissement qui correspondent à la sortie des dislocations à la surface libre, forment une structure en escalier relativement simple (figure I.11.a). Sous sollicitation cyclique, le relief caractéristique en surface devient plus irrégulier et intense. Il est formé de bosses souvent accompagnés de vallées étroites, conséquence de l'irréversibilité de certaines bandes de glissement (figure I.11.b.), c'est la morphologie composée d'« *extrusions–intrusions* ».

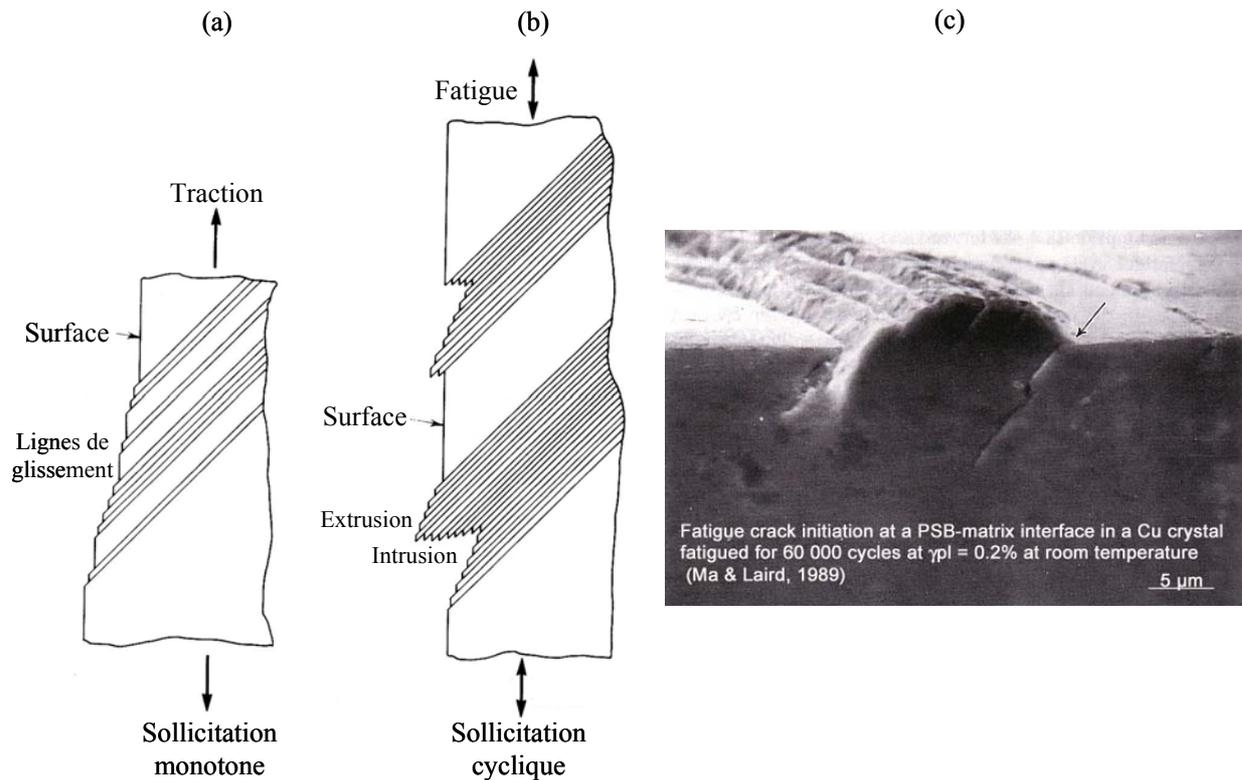


Figure I.11. Relief produit par l'intersection des bandes de glissement avec la surface. (a) En traction, (b) en fatigue. (c) Amorçage de fissures aux extrusions.[Reed-Hill 1973]

Cette nouvelle morphologie constitue des irrégularités géométriques, soumises à un état de contrainte beaucoup plus élevé que le reste de la surface libre. En conséquence, elles deviennent des sites préférentiels d'amorçage des fissures (figure et I.11.c et I.12). De manière générale, l'amorçage de fissures de fatigue se produit donc à la surface de l'éprouvette. [Forsyth 1963] justifie ce phénomène par trois raisons principales :

- Les dislocations sont plus mobiles à la surface qu'au cœur.
- La surface est un site préférentiel pour la génération des dislocations.
- La surface est soumise à l'agressivité de l'environnement.

De ce fait, beaucoup d'efforts ont été conduits pour étudier en détail les changements en surface, notamment l'émergence des extrusions et la génération des intrusions pendant la sollicitation cyclique, ainsi que leur relation avec la soustructure développée au cœur.

En polissant les éprouvettes fatiguées, plusieurs auteurs [Finney 1976] ont montré que les bandes de glissement formées en surface deviennent persistantes (bandes persistantes de glissement ou PSB), conséquence de l'activité plastique irréversible. Plus tard, [Essmann 1981] a proposé un modèle d'émergence des extrusions en surface. Ce modèle explique la formation de la microfissure en étroite rapport avec les arrangements de dislocations, particulièrement pour les matériaux CFC, qui forment une structure de dislocations en échelle (PSB). La figure I.12 montre un schéma simplifié du modèle dans lequel les sites préférentiels d'amorçage des fissures sont créés par l'irréversibilité des dislocations vis et la génération de lacunes à l'interface matrice-PSB. Avec l'utilisation de la microscopie électronique à balayage (MEB), [Dickson 1987] a étudié de manière plus détaillée l'émergence et les caractéristiques des extrusions dans le cuivre polycristallin. Pour le même matériau et à partir d'analyses au MEB, [Bayerlein 1991] suggère que l'émergence des extrusions est liée à l'orientation cristallographique du grain concerné, proposant différentes morphologies des extrusions liées au type de glissement. Egalement, il valide l'influence de la température sur la croissance des extrusions proposée dans le model *Essmann-Gösele-Mughrabi* [Essmann 1981].

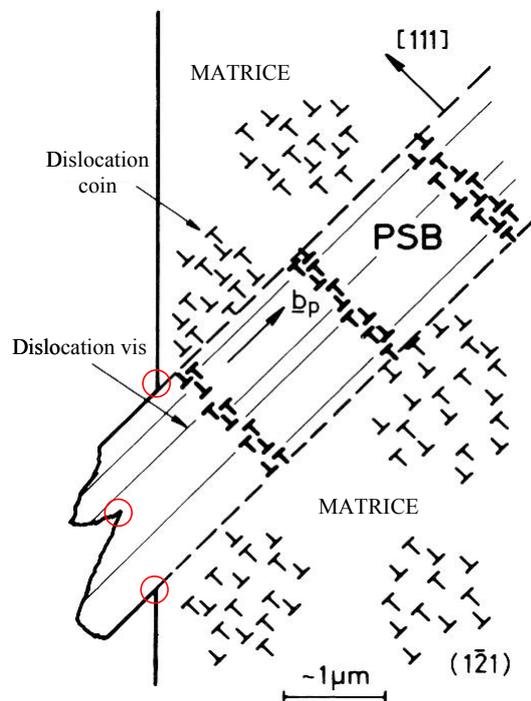


Figure I.12. Schéma de l'émergence d'une bande persistante de glissement à la surface libre.

Les cercles montrent les sites de haute concentration des contraintes.

Il est très important de signaler que la majorité des études sur l'interaction volume–surface sous sollicitation cyclique concerne des matériaux dans lesquels se sont formées des bandes de glissement persistantes. Ainsi, pour certains auteurs, l'utilisation du vocabulaire « extrusion–intrusion » suppose la présence des PSB dans le matériau. Pour d'autres auteurs, cela désigne une topographie constituée des bandes sortantes et des creux, relative à une quelconque structure de dislocations, par exemple, lorsque des cellules de dislocations sont formées. Dans certains cas, un vocabulaire plus spécifique est employé: « *hill and valleys* ».

Cependant, les extrusions peuvent être générées par d'autres arrangements de dislocations. Plusieurs auteurs [Vogt 2000; Heino 2001] ont montré l'émergence d'extrusions à partir de la structure planaire de dislocations. Dans le cas du fer- α , [Katagiri 1979] a montré la formation d'un relief de dimensions considérables et l'amorçage de fissures, malgré la structure cellulaire de dislocations observée au voisinage de la surface.

Récemment utilisée, la microscopie à force atomique (AFM), un outil très performant pour l'étude précise des surfaces, a permis des avancées remarquables dans la compréhension de l'évolution du relief de surface et sa relation avec la soustructure créée lors de la sollicitation cyclique des matériaux métalliques. Une partie de cette étude bibliographique sera dédiée à l'utilisation et la contribution de l'AFM pour l'étude des mécanismes d'endommagement par fatigue.

I.2.6. Conclusions

Le phénomène de fatigue concerne l'endommagement et tous les changements de propriétés d'un matériau suite à l'application de cycles d'efforts, dont leur accumulation constitue l'une des causes les plus courantes de rupture d'éléments de structure.

Le nombre de cycles pour atteindre la rupture par fatigue (N_r) dépend principalement des niveaux de contrainte ou de déformation imposés, et l'étude de la résistance à la fatigue se fait à l'aide du suivi de ces deux paramètres au cours de la sollicitation cyclique. Les essais utilisés pour caractériser la résistance à la fatigue d'un matériau peuvent être classés selon leur durée: les essais de fatigue endurance ($N_r > 10^5$ cycles) et les essais de fatigue oligocyclique ($N_r < 10^5$).

L'essai de fatigue oligocyclique consiste à soumettre une éprouvette à une déformation cyclique imposée d'amplitude constante, qui dépasse la limite d'élasticité dans presque la totalité des cas. L'endommagement en LCF peut être décomposé en trois stades. En premier lieu, l'accommodation plastique matérialisée par la formation des diverses structures de dislocations dans le cœur du matériau (étudiée par microscopie électronique à transmission) et par la formation des extrusions et intrusions en surface (étudiée par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage). Deuxièmement, les stades d'amorçage et de propagation des fissures ont lieu préférentiellement en surface, avant de se propager en volume (troisième stade) et provoquer la rupture brutale de l'éprouvette.

Une relation importante entre l'activité au cœur du matériau et la modification à la surface a été observée surtout dans le cas de matériaux de structure CFC, rendant possible l'élaboration de différents modèles d'endommagement par fatigue oligocyclique, par exemple le modèle *EGM* [Essmann 1981].

I.3. Comportement en fatigue des aciers inoxydables austéno-ferritiques

Etant donné les nombreuses applications industrielles qui impliquent des sollicitations cycliques, mais aussi la complexité de ce type de matériau, la fatigue des DSS a été étudiée par de nombreux auteurs : [Magnin 1988; Polak 1993; Mateo 1996; Vogt 1999; Mateo 2001; Polak 2001; Stolarz 2001; Vogt 2001; Alvarez-Armas 2007], liste non exhaustive.

Basée sur des travaux menés sur les nuances les plus courantes, cette partie est dédiée à la présentation du comportement typique en fatigue des aciers duplex. Il est pertinent de rappeler que le comportement en fatigue des aciers duplex peut montrer une sensibilité considérable aux variations de composition chimique, au mode d'élaboration et à certains traitements thermiques. L'influence de ces paramètres sera traitée séparément dans la partie I.3.2.

I.3.1. Comportement à la fatigue oligocyclique des aciers inoxydables duplex

I.3.1.1. Accommodation cyclique

Comme observé dans la partie précédente, ce type de matériau présente trois phases distinctes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction de la durée de vie : le durcissement, l'adoucissement et la stabilisation de la contrainte.

Trois régimes différents de comportement cyclique, selon l'amplitude de déformation imposée sont observés. Aux niveaux de déformation les plus bas, un durcissement initial très limité est suivi d'une phase d'adoucissement atteignant rapidement la stabilisation de la contrainte (même avant 10% de N_r). Cette dernière durera jusqu'à la chute de la contrainte due à la propagation en volume de la fissure principale. Aux niveaux de déformation moyens ($10^{-4} < \Delta \varepsilon_p / 2 < 6 \times 10^{-4}$), le durcissement est plus prononcé. La stabilisation de la contrainte sera atteinte, cette fois après un faible adoucissement qui durera jusqu'aux alentours de la mi-durée de vie. Aux niveaux de déformation les plus élevés, la phase de durcissement reste

similaire à celle des niveaux de déformation moyens, pourtant l'adoucissement se maintient pendant une fraction considérable de la durée de vie.

I.3.1.2. Courbe de consolidation cyclique

La courbe *d'écrouissage cyclique* (CSSC) caractéristique d'un acier duplex est présentée dans la figure I.13. Cette courbe montre un incrément non-linéaire de la contrainte stabilisée selon le niveau d'amplitude de déformation plastique. De façon cohérente avec l'accommodation cyclique, cette courbe peut être divisée en trois domaines de consolidation cyclique différents [Magnin 1988; Mateo 1996; Vogt 1999].

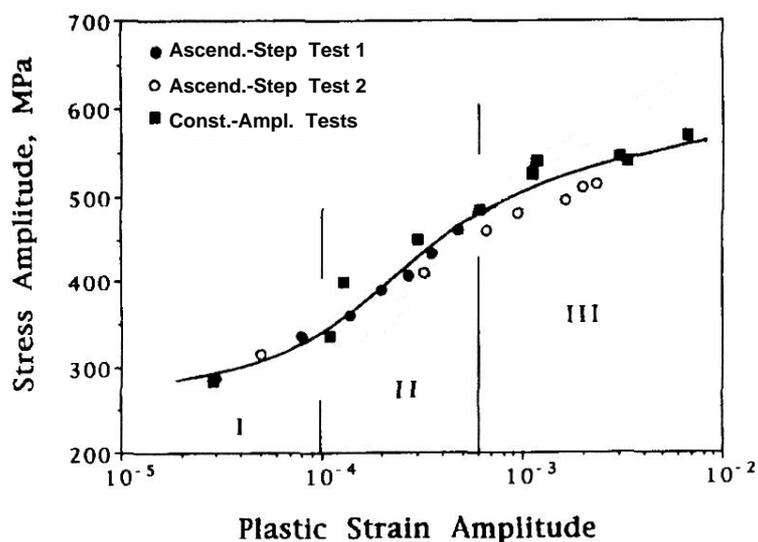


Figure I.13. Courbe d'écrouissage cyclique pour un acier inoxydable duplex avec 0,07% d'azote et 50% α -50% γ . [Mateo 1996]

Aux plus faibles amplitudes de déformation étudiées ($\Delta\epsilon_p/2 < 10^{-4}$), le matériau présente une faible augmentation de la contrainte avec la déformation plastique. Un changement de pente est observé dans le deuxième régime ($10^{-4} < \Delta\epsilon_p/2 < 6 \times 10^{-4}$), où la contrainte stabilisée devient très sensible aux variations de déformation. Finalement, un deuxième changement de pente indique le début du troisième régime, qui est caractérisé pour une augmentation plus lente de la contrainte.

Afin d'analyser les mécanismes de plasticité cyclique au sein des DSS, plusieurs études ont été consacrées à l'évaluation des structures de dislocation associées aux différents niveaux de

déformation cyclique [Mateo 1996; Vogt 1999; Alvarez-Armas 2006]. La figure I.14 montre que l'existence des trois régimes décrits précédemment, peut être expliquée en termes de structures de dislocation développées dans chacune des phases (austénite et ferrite) des éprouvettes testées jusqu'à rupture.

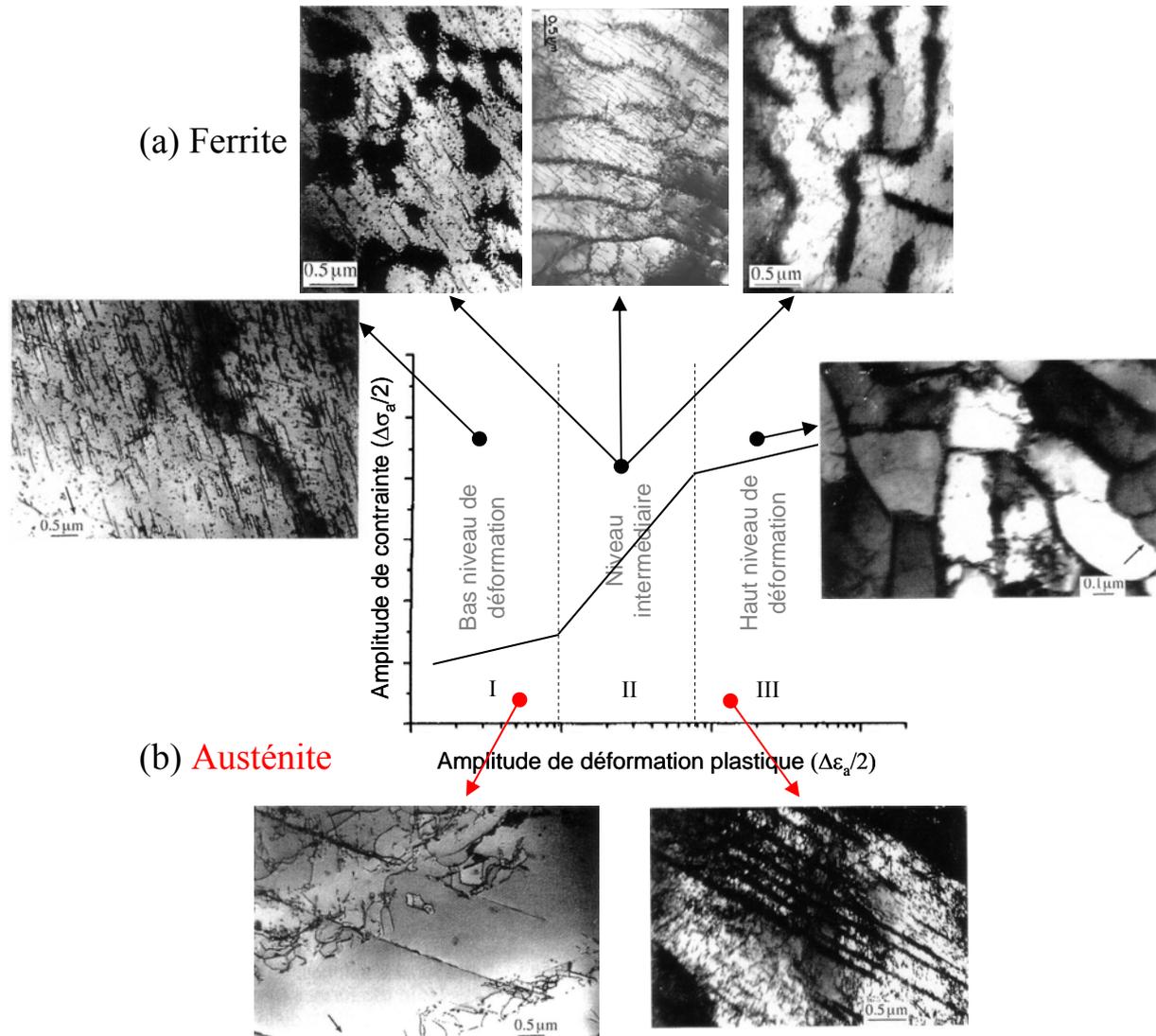


Figure I.14. Evolution de la substructure suivant la déformation plastique imposée en fatigue dans un acier duplex forgé 24Cr-5,48Ni-3,27Mo-0,15N. [Vogt 1999]. Boucles de dislocations allongées et structures caractéristiques du glissement dans la ferrite (a). Arrangements planaires dans la phase austénitique (b).

A faible amplitude de déformation, la phase austénitique présente des arrangements planaires de dislocations, témoins de l'activité plastique de cette phase. En revanche, la phase

ferritique contenant des boucles de dislocations très allongées, traduisant leur faible mobilité, témoignerait d'une passivité.

Dans le régime intermédiaire, les mêmes arrangements planaires ont été observés dans les grains austénitiques, mais cette fois distribués plus uniformément avec une densité de dislocations plus élevée. Dans ce domaine, c'est dans la ferrite que se produisent les changements les plus importants. L'observation d'une structure typique de matrice (veines-canaux) et PSB (murs-canaux) est une évidence claire de la participation des grains ferritiques à l'accommodation de la déformation plastique.

Les arrangements planaires persistent comme structure de dislocation prédominante dans l'austénite, aux niveaux de déformation les plus élevés. Dans le cas de la ferrite, une structure de type labyrinthe ou de cellules plus ou moins bien formées prend la place de la structure de murs et canaux prédominant à la fin du domaine précédent.

Du fait de ces observations, certains auteurs [Vogt 1999] considèrent le troisième régime comme la prolongation du régime intermédiaire vers une activité de plus en plus importante dans les grains ferritiques. De cette façon, ils simplifient la plasticité cyclique des aciers duplex seulement en deux régimes, à basse et à haute déformation. La réponse macroscopique et l'évolution des sous-structures de dislocations des DSS en fatigue sont donc attribuées à l'évolution individuelle de l'austénite et de la ferrite en termes de microstructure, mais aussi à un effet de couplage entre les deux phases. Cet effet consiste en un transfert de charge progressif de la phase austénitique active vers la ferrite inactive en réponse au phénomène d'adoucissement cyclique de la phase γ , d'autant plus important avec l'augmentation de la déformation plastique [Vogt 2001].

I.3.1.3. Endommagement en surface associé à la déformation cyclique

L'endommagement de la surface des aciers duplex, suite à la sollicitation cyclique a été étudié par plusieurs auteurs en termes de distribution des extrusions [Massol 2001] et de localisation de l'amorçage des fissures [Baffie 1999; Massol 2002].

En étudiant la quantité et la localisation des bandes de glissement ou extrusions-intrusions par MEB (selon le niveau de déformation imposé) dans un acier duplex à 0,15% d'azote, [Vogt

1994] a constaté une évolution du relief témoin de la plasticité cyclique, en bonne concordance avec les propriétés cycliques et les structures de dislocations associées.

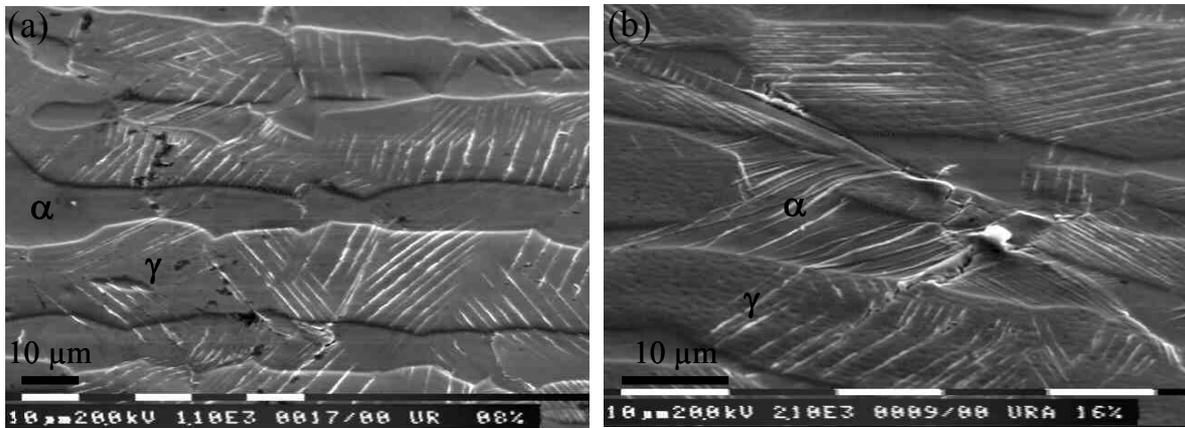


Figure I.15. Observation en microscopie électronique à balayage de la surface des éprouvettes de fatigue après rupture. Bandes de glissement principalement localisées dans l'austénite à $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ (a). Localisation de la déformation dans les deux phases à $\Delta\varepsilon_t=2\%$ (b) [Massol 2002].

Pour les niveaux de déformation les plus bas ($\Delta\varepsilon_t < 0,8\%$ - $\varepsilon_p \approx 0,05$), des extrusions assez régulières se localisent presque de façon exclusive dans l'austénite (figure I.15.a). Elles sont placées de manière assez homogène dans cette phase. Des extrusions témoins de la localisation de la déformation cyclique ont rarement été trouvées en surface des grains ferritiques.

En ce qui concerne les régimes II et III ($\Delta\varepsilon_t > 0,8\%$) de déformation, les deux phases présentent une activité surfacique irréversible appréciable (figure I.15.b). Dans la phase γ , la densité est plus importante que pour les faibles amplitudes de déformation. Dans la ferrite, l'activité en surface est croissante avec le niveau de déformation imposé. Aux niveaux de déformation les plus hauts, la densité des extrusions réparties dans cette phase atteint même des valeurs supérieures à celle dans la phase austénitique.

L'amorçage des fissures est relié de manière étroite à l'activité en surface et par conséquent, sa présence à la surface de la phase austénitique ou ferritique dépend du niveau de déformation imposé. A faible amplitude de déformation, les fissures sont exclusivement situées en surface des grains austénitiques. Pour les niveaux correspondant aux régimes II et III de l'accommodation cyclique, [Vogt 1994] montre que la fissuration aura lieu dans les

deux phases et propose le système extrusions–intrusions créées en surface comme sites d’amorçage, avec une densité de fissures d’autant plus importante dans les grains de ferrite que l’amplitude de déformation est grande. [Vogt 1994; Baffie 1999] observent aussi l’importance des interphases α/γ dans la germination des fissures en phase ferritique et à hauts niveaux de déformation. A très hauts niveaux de déformation ($\Delta\varepsilon_p > 2 \times 10^{-3}$) [Magnin 1988] propose l’amorçage très rapide de fissures exclusivement dans la phase α d’un acier duplex 50% α -50% γ avec 0,07% d’azote.

I.3.2. Influence de la microstructure sur la fatigue des DSS

Etant donné la complexité des matériaux biphasés, il existe toute une série de paramètres capables de modifier la microstructure des aciers austéno–ferritiques. Dans certains cas, ces changements microstructuraux peuvent conduire à des changements de propriétés en fatigue, soit au bénéfice, soit au détriment des performances requises. Parmi les paramètres à prendre en compte, le mode d’élaboration, la composition chimique et certains traitements thermiques ont suscité un intérêt particulier; ils produisent en effet de sévères altérations de la microstructure et des propriétés cycliques des DSS. La première partie de cette section présente de façon générale l’influence du mode d’élaboration et de l’anisotropie de la structure biphasée sur les propriétés en fatigue. Puis, en ce qui concerne l’influence de la composition chimique et des traitements thermiques, seul le rôle de l’addition d’azote et du vieillissement à 475°C seront détaillés puisqu’ils présentent un intérêt certain pour la compréhension de ce travail.

I.3.2.1. Mode d’élaboration et anisotropie des aciers austéno–ferritiques

[Mateo 2001] a étudié la résistance à la fatigue endurance de deux aciers duplex avec la même composition chimique mais issus de procédés d’élaboration différents, le premier sous forme de plaque et le deuxième sous forme de barre. Concernant la limite de fatigue et les niveaux des contraintes cycliques, les deux matériaux présentent une différence appréciable, avec des résultats bien meilleurs pour le matériau en plaque, notamment dans la direction parallèle à l’axe de laminage (L).

En fatigue endurance, où les contraintes imposées sont relativement faibles, la limite en fatigue peut être vue comme une mesure de la résistance à l’amorçage de fissures, qui aura

lieu principalement à l'émergence des bandes de glissement en surface. Dans cette optique, [Mateo 2001] relie les propriétés cycliques (HCF) à la limite d'élasticité, inférieure dans le matériau sous forme de barre, ce qui s'explique par la taille des grains (relation Hall-Petch) et par une texture cristallographique moins marquée dans la matrice ferritique (barre). Ces résultats mettent en évidence l'influence du mode d'élaboration, mais aussi l'influence de l'accumulation de déformation pendant le procédé d'élaboration, certainement plus importante dans la plaque (5mm d'épaisseur) que dans la barre (20mm de diamètre).

Dans le cas des alliages biphasés, la mise en forme joue un rôle fondamental dans la distribution de chacune des phases du produit final et induit également une anisotropie qui peut affecter considérablement les propriétés mécaniques des matériaux.

L'effet de l'anisotropie sur les propriétés monotones des aciers duplex est assez clair. Ces matériaux présentent de meilleures propriétés en traction dans le sens de laminage que dans le sens perpendiculaire. Ces résultats sont attribués à la texture cristallographique (surtout de la matrice ferritique, beaucoup plus affectée pendant la mise en forme). Par contre, dans le cas de la fatigue, l'effet de l'anisotropie semble être plus difficile à expliquer et il est différent en fonction des types d'essais réalisés (fatigue endurance ou fatigue oligocyclique) [Mateo 2001].

En fatigue oligocyclique, [Perdriset 1994] montre une résistance à la fatigue nettement différente entre les essais réalisés dans le sens de laminage (dénommés avec la lettre L) et les essais réalisés dans le sens traverse (dénommés T), avec un facteur 1,5 en faveur de la direction L. L'influence du caractère anisotrope, semble être plus difficile à mettre en évidence dans le cas de la fatigue endurance. [Mateo 2001] ont pris en compte l'influence de ce paramètre grâce à la réalisation d'essais de fatigue endurance sur des éprouvettes prélevées dans les sens de laminage (L), à 90°(T) et à 45° du sens de laminage (dénommés D). Les résultats montrent que les directions T et L, présentent des propriétés en fatigue assez proches (durées de vie légèrement plus élevées dans la direction T), toutes les deux meilleures que celles observées dans la direction D. Les auteurs supposent que les différences de comportement en fatigue endurance sont dues aux différences entre les processus de germination et croissance des fissures avant de dépasser la première barrière microstructurale, pour chacune des directions analysées [Mateo 2003].

I.3.2.2. Rôle de l'azote sur les propriétés cycliques des DSS

L'influence bénéfique de l'addition d'azote dans les aciers inoxydables austénitiques (amélioration de la résistance à la corrosion et des propriétés mécaniques) a conduit au rapide développement de nuances austeno-ferritiques enrichies en azote. L'essor des aciers duplex à l'azote est tel que la teneur de cet élément fait partie des paramètres les plus importants pour classer les nuances les plus utilisées et leurs applications correspondantes.

Pourtant, l'influence de l'azote sur le comportement cyclique des DSS ne peut pas être déduit de la même façon que dans les cas des aciers austénitiques. Tout d'abord, la différence de solubilité de cet élément dans l'austénite et la ferrite (très faible dans la phase CC par rapport à celle de la phase CFC), implique des changements de propriétés exclusivement dans la phase austénitique. Deuxièmement, l'effet γ -gène de cet élément, ajouté en quantités relativement élevées, peut conduire à des changements importants de la fraction volumique des deux phases dans l'acier duplex et finalement minimiser l'influence de l'addition de cet élément d'alliage.

Généralement, l'azote produit un effet bénéfique sur la résistance à la fatigue et sur le durcissement cyclique. Les travaux menés par [Mateo 2001; Polak 2001; Vogt 2001; Massol 2002] montrent qu'en alliant des aciers duplex jusqu'à 0,4% d'azote, il est possible d'augmenter la contrainte cyclique du matériau sans diminuer la durée de vie en fatigue, ce qui rend l'acier plus attractif pour différentes applications, même pour certains cas où le principal phénomène d'endommagement est la corrosion sous contrainte [Massol 2002].

Massol et collaborateurs [Massol 2002] ont étudié l'influence de l'azote sur les propriétés en fatigue de quatre nuances de DSS avec différentes teneurs en azote (0,15%; 0,25%; 0,4% et 0,6%). En ce qui concerne l'accommodation cyclique, les trois premières nuances (0,15%; 0,25% et 0,4%) montrent le comportement caractéristique des DSS: à faible amplitude de déformation, un adoucissement immédiat, suivi de la stabilisation de l'amplitude de contrainte tandis qu'à des taux de déformation élevés, au durcissement initial s'ajoute un adoucissement plus prolongé, avant la stabilisation (figure I.16). Pourtant, grâce au durcissement par solution solide dû aux atomes d'azote dans la phase γ , une augmentation des niveaux de contrainte au début de l'essai avec la teneur d'azote est constatée, surtout pour le cas de l'acier à 0,40% (figure I.16.b), qui aura donc une résistance mécanique plus élevée.

D'un autre coté, pour les niveaux de déformation étudiés, bien que l'amplitude de contrainte soit systématiquement plus élevée pendant toute la durée de l'essai, l'acier avec une teneur plus élevée en azote (0,4%) présente aussi une différence plus importante entre la contrainte cyclique maximale et la contrainte stabilisée (σ_a), par comparaison avec les DSS faiblement alliés en azote (adoucissement cyclique).

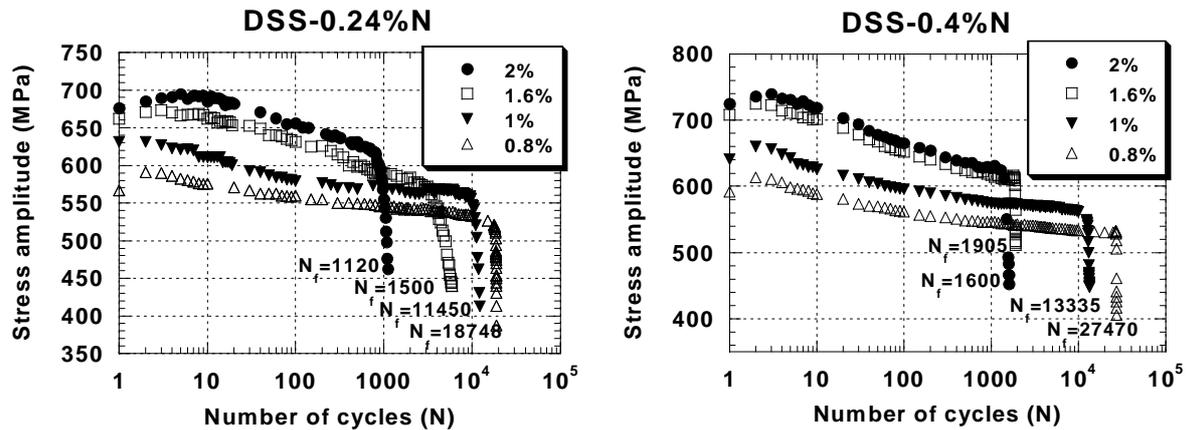


Figure I.16. Courbes d'accommodation cyclique pour un acier inoxydable duplex à l'azote avec 0,24% (a) et 0,4%. [Massol 2002]

Ce phénomène est le produit de l'effet de l'azote (en teneur plus élevée) comme promoteur du glissement planaire dans l'austénite. En conséquence, afin de compenser l'adoucissement de la phase γ , la participation de la ferrite à l'accommodation plastique sera plus importante avec l'augmentation de la teneur en azote dans l'acier, et donc plus marquée sera l'effet de couplage qui provoque l'activation de la phase ferritique (section I.3.1). C'est pourquoi l'activation de la phase α à des niveaux de déformation plus faibles est constatée par l'observation des extrusions, signe de localisation de la déformation, en surface des grains ferritiques (pour l'acier duplex avec 0,4% d'azote) [Massol 2001]. Ceci pourrait conduire à une diminution de la durée de vie par l'amorçage plus rapide de fissures dans la ferrite active, imposant de limiter l'addition d'azote dans les duplex.

Cependant, grâce à son rôle γ -gène, les aciers à très forte teneur en azote contiennent une fraction volumique d'austénite supérieure à 50% et par suite, une teneur locale en azote plus modérée dans cette phase, figure I.17. Cet ajustement de la microstructure à l'échelle mésoscopique par l'azote permet de limiter l'adoucissement cyclique et d'augmenter la contrainte cyclique macroscopique d'un acier duplex sans affecter la résistance à la fatigue

(nombre de cycles à la rupture pour une déformation plastique imposée), ce qui est le cas de l'acier avec 0,4% d'azote, de fraction volumique 70% γ -30% α (fig. I.18).

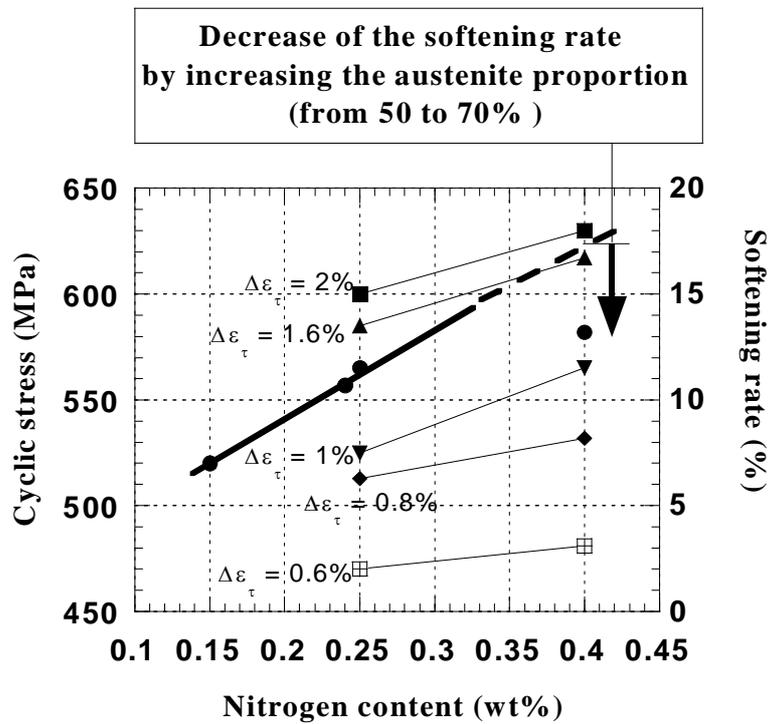


Figure I.17. Effet de l'azote sur la contrainte cyclique des DSS. L'augmentation de la fraction volumique de l'austénite grâce à l'effet γ -gène de l'azote aide à la modération de l'adoucissement cyclique.[Massol 2002]

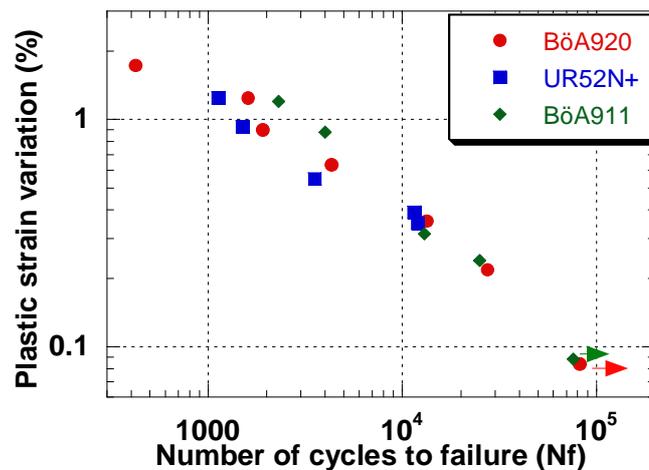


Figure I.18. Courbes Masson-Coffin des aciers duplex avec différentes teneurs en azote (BøA920: 0,4%N; BøA911: 0,25%N; UR52N+: 0,25%N). [Vogt 2001]

L'addition d'azote dans les aciers duplex sera restreinte à des valeurs proches de 0,4%. Une teneur en azote très élevée conduit à la fragilité du matériau. Tel est le cas de l'acier allié à 0,6%N étudié par [Vogt 1999], dans lequel la matrice austénitique (60% γ –40% α) est sursaturée en azote. Tout d'abord, une nette différence de micro-dureté dans le sens perpendiculaire au laminage apparaît entre l'austénite et la ferrite (pour les cas précédents, les valeurs de dureté restent similaires). La conséquence de cette différence de dureté, conduit à une déformation plastique plus facile dans la ferrite qui en sollicitation cyclique, amorce rapidement des fissures dans les bandes de glissement ou aux interfaces α/γ . Finalement, la rupture par clivage de la phase γ témoigne de la fragilité du matériau.

I.3.2.3. L'effet du vieillissement à 475°C sur les propriétés cycliques des DSS

L'utilisation des DSS à l'échelle industrielle (notamment dans les industries chimique, pétrochimique et nucléaire) a rapidement mis en évidence leur susceptibilité au vieillissement pendant le service à partir de 250°C [Chung 1992]. L'influence de ce phénomène sur le comportement mécanique des DSS a été étudiée par de nombreux auteurs: [Marrow 1994; Llanes 1996; Nystrom 1996; Vogt 2002; Weng 2004; Armas 2007] .

Marrow et collaborateurs ont constaté une augmentation importante de la dureté avec une diminution de certaines propriétés en traction (ductilité et ténacité) et de la résilience des aciers super-duplex (0,25%N), ceci après différents vieillissements, à des températures comprises entre 350°C et 450°C, pendant des temps d'exposition variables (de 100 à 5000 heures). Ce comportement a été attribué à la fragilisation de la matrice ferritique, sensible au phénomène de décomposition spinodale sur la gamme de température étudiée [Brown 1991].

L'influence du vieillissement à 475°C sur le comportement cyclique des aciers duplex dépendra fortement du niveau de déformation appliqué. En se basant sur la réponse mécanique et la sous-structure développée après sollicitation dans chacune des phases, [Llanes 1996] ont comparé le comportement en fatigue oligocyclique d'un acier duplex avec 38% d'austénite (condition hypertrempée et vieillie), dans trois intervalles de déformation plastique. La figure I.19 montre les courbes CSSC pour la condition hypertrempée, puis vieillie à 475°C pendant 25 ou 200 heures.

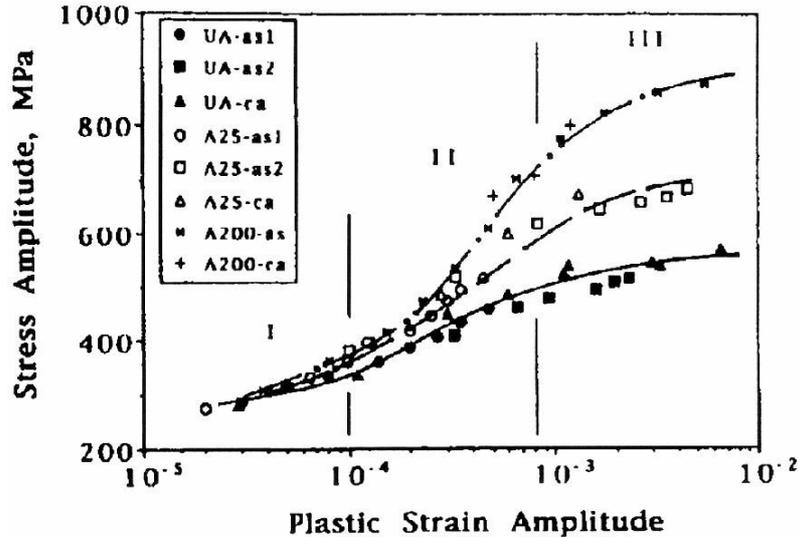


Figure I.19. Courbes d'écrouissage cyclique pour un acier duplex 38% d'austénite et avec 0,072% d'azoté: hypertrempé (UA); vieilli pendant 25 heures (A25) et vieilli pendant 200 heures (A200). [Llanes 1996]

Pour les niveaux de $\Delta\epsilon_p$ inférieurs à 10^{-4} , la réponse et les structures de dislocations dans le matériau sont indépendantes du vieillissement. Malgré une légère augmentation de la contrainte pour la condition vieilliée, le comportement est similaire à celui du matériau hypertrempé en termes de l'évolution de la contrainte, de la durée de vie et de la passivité de la ferrite (pas d'évolution de la substructure). Ce comportement est expliqué par la prévalence du comportement cyclique «austénitique» dans cet intervalle de déformation, malgré les différences entre la matrice α vieilliée et non vieilliée.

A la différence des faibles amplitudes de déformation, pour le deuxième régime de déformation plastique ($10^{-4} < \Delta\epsilon_p < 10^{-3}$), les aciers duplex sont très sensibles au vieillissement à 475°C. Dans le cas du matériau vieilli pendant 200 heures, la phase austénitique continue à accommoder de façon «exclusive» du fait de l'état fragile de la ferrite. Ce comportement diffère clairement de la condition non vieilliée, pour laquelle les mêmes niveaux de déformation montrent un comportement «mixte» (ferrito-austénitique). La prolongation du régime austénitique dans l'acier vieilli conduira à une augmentation plus importante de la contrainte (figure I.19) ainsi qu'à une diminution de la durée de vie par rapport à la condition non vieilliée.

Pour des niveaux supérieurs à $\Delta\varepsilon_p=10^{-3}$ (régime III), la réponse macroscopique et l'évolution de la sous-structure indiquent la transition vers un comportement plus «ferritique» indépendamment du traitement thermique. Ce comportement est justifié dans la condition vieillie parce que la ferrite devient capable d'accommoder la déformation plastique par maillage et par démodulation graduelle de la structure spinodale. A cause du comportement fragile et de la dureté élevée de cette phase, le matériau vieilli présente des niveaux de contrainte plus élevés et une diminution appréciable de la durée de vie, comme illustré dans la figure I.20 pour le cas d'un acier duplex avec 50% d'austénite. Cette diminution de la durée de vie sera de plus en plus accentuée avec la diminution de la déformabilité de la phase α , qui dépend des conditions de temps et de température du vieillissement du matériau.

La microstructure peut jouer un rôle fondamental sur les propriétés en fatigue des DSS vieillies à des températures proches de 475°C, notamment en ce qui concerne la fraction volumique des phases. [Vogt 2002] a comparé la sensibilité au phénomène de fragilisation à 475°C dans deux aciers duplex avec des pourcentages de phases différents (50% γ et 70% γ).

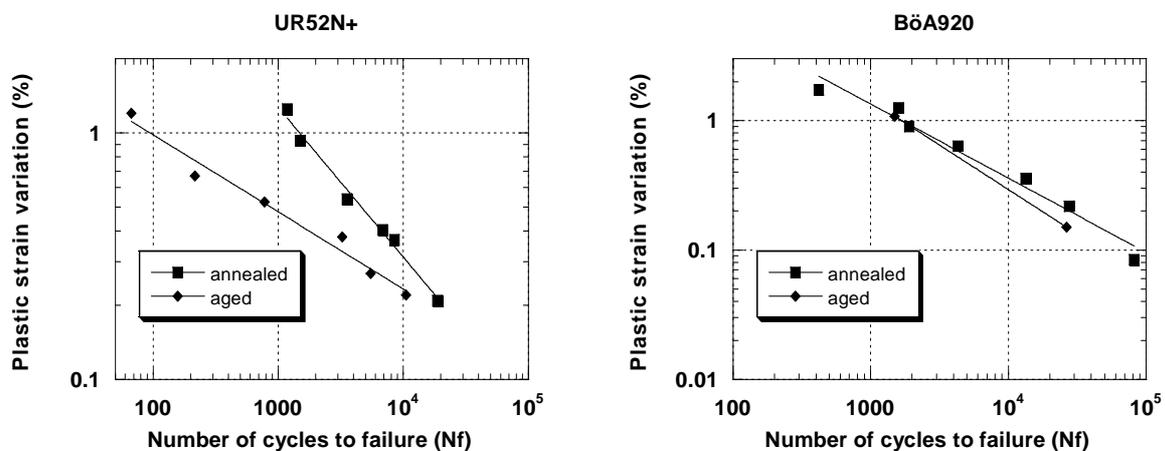


Figure I.20. Courbes de résistance à la fatigue dans les conditions hypertrempée et vieillie pour les aciers duplex UR52N+ (50% γ et 0,25%N) et B6A920 (70% γ et 0,4%N). [Vogt 2002]

Les résultats montrent que le matériau à 50% γ présente une sensibilité similaire au cas décrit en détails dans les paragraphes précédents (courbes Masson–Coffin, figure I.21). Cependant, l'acier contenant 70% d'austénite, avec des niveaux de contrainte supérieurs, est très peu affecté par le vieillissement, même à des niveaux de déformation assez élevés (figure I.20). Ces résultats sont similaires aux observations réalisées par [Nystrom 1996] sur un acier vieilli

avec 75% d'austénite. De plus, [Vogt 2002] a également montré de façon indirecte, l'effet favorable de l'addition d'azote dans le comportement cyclique des DSS, du fait de son rôle de stabilisateur de la phase austénitique, qui en fraction volumique plus importante, diminuera la sensibilité au phénomène de fragilisation à 475°C.

À propos de la fatigue endurance, les courbes S-N (figure I.21) montrent les propriétés cycliques d'un acier duplex 45% γ -55% α hypertrempé et vieilli pendant 200 heures. L'effet du vieillissement semble être favorable car à contrainte donnée équivalente les durées de vie du matériau vieilli sont toujours supérieures à celles du matériau hypertrempé. Cependant, il faut être très prudent quant à cette analyse car une comparaison de la résistance à la fatigue qui prendrait en compte le rapport *contrainte imposée/limite d'élasticité* conduirait à une conclusion inverse. Malgré une analyse seulement qualitative par MEB, [Llanes 1997] attribuent cette sensibilité à la concentration exclusive de la déformation plastique dans la phase austénitique de l'acier duplex vieilli.

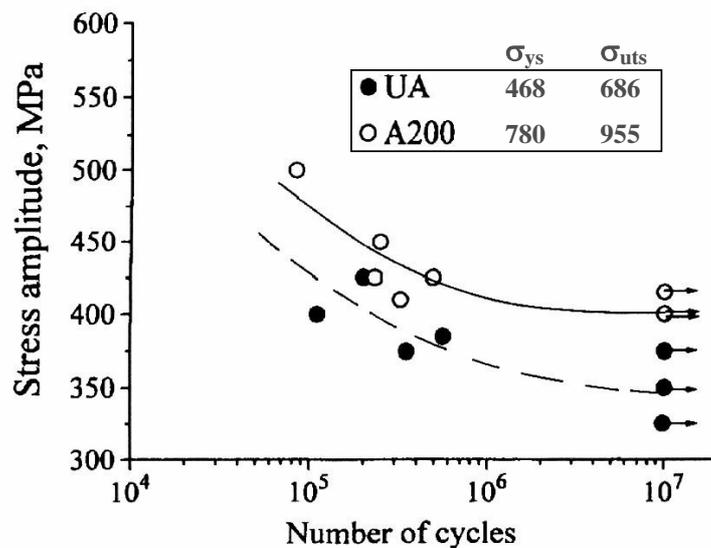


Figure I.21. Comportement en fatigue endurance d'un DSS hyper-trempé (UA) et vieilli (A200) [Llanes 1997].

I.3.3. Conclusions

Le comportement en fatigue des aciers inoxydables duplex a été étudié de façon extensive en termes de réponse cyclique, de résistance en fatigue, d'endommagement et d'influence de la microstructure.

En fatigue oligocyclique, ce type de matériau présente trois régimes d'accommodation et de consolidation cyclique selon les niveaux de déformation imposés: un régime nettement austénitique à faible amplitude suivi d'une réponse mixte (austénite et ferrite) à niveaux de déformation intermédiaires qui devient d'autant plus ferritique que les niveaux de déformation sont élevés.

L'existence de ces trois régimes est en accord avec les structures de dislocations, le relief et les fissures en surface observés dans les deux phases de l'acier duplex après sollicitation cyclique. Cependant, la relation entre ces trois régimes et l'évolution de la sous-structure reste essentiellement qualitative et risque d'être peu représentative de l'ensemble du matériau, du fait du caractère très localisé des études réalisées par microscopie électronique à transmission. Bien que l'analyse de la surface (relief et fissure) puisse se faire sur une surface plus représentative, les techniques utilisées pour l'étude des aciers duplex (principalement microscopies électronique à balayage et optique) permettent seulement d'étudier la distribution du relief en surface, sans prendre en compte des données quantitatives. De plus, les détails sur la localisation de l'endommagement en surface dans chaque phase, ainsi que sur l'amorçage de fissures, restent encore imprécis à cause de la complexité de la structure biphasée des aciers duplex et les limitations des techniques utilisées pour leur analyse.

I.4. Utilisation de l'AFM pour l'étude de l'endommagement en surface des matériaux métalliques après sollicitation cyclique

Une des méthodes les plus efficaces pour la compréhension des phénomènes de fatigue est l'observation microscopique; c'est pourquoi, l'avancée des études de fatigue des matériaux métalliques est fortement liée au progrès des techniques expérimentales, spécifiquement au développement de nouvelles techniques de microscopie. L'avancée dans l'étude de la surface des matériaux fatigués est présentée en figure I.22. Depuis plus de 100 ans, beaucoup d'attention et d'efforts ont été portés à l'étude de la nature physique de la fatigue des matériaux cristallins et aux mécanismes d'endommagement. Les premières observations de l'endommagement localisé à la surface d'un matériau soumis à une sollicitation cyclique ont été faites au début du siècle dernier par [Ewing 1903]. Il suppose pour la première fois que l'amorçage des fissures a lieu dans des sites préférentiels de l'activité plastique, situés à la surface libre des matériaux. Ces sites ont été observés par Microscopie Optique (MO).

Dans les dernières trois décennies, l'utilisation du Microscope Electronique à Balayage (MEB), a permis l'étude des caractéristiques et de la distribution des extrusions et intrusions, ainsi que leur relation avec les micro-fissures. Néanmoins, l'information reste encore assez qualitative du fait de la précision limitée des profils exploitables avec cette technique et des dimensions de ces marches en surface.

Le développement du Microscope Electronique à Transmission (MET) a permis, entre autres, d'approfondir les connaissances sur les mécanismes de déformation plastique présents dans presque tous les matériaux métalliques. L'étude des différentes structures de dislocations, de leurs interactions et de leurs évolutions au cours de la sollicitation cyclique [Repetto 1997] a rendu possible le développement de nouveaux modèles. Les théories proposées prédisent la formation des extrusions et intrusions à la surface comme conséquence des modifications à l'échelle substructurale. Une connaissance détaillée du relief en surface est donc nécessaire pour valider ces nouvelles théories sur l'endommagement par fatigue.

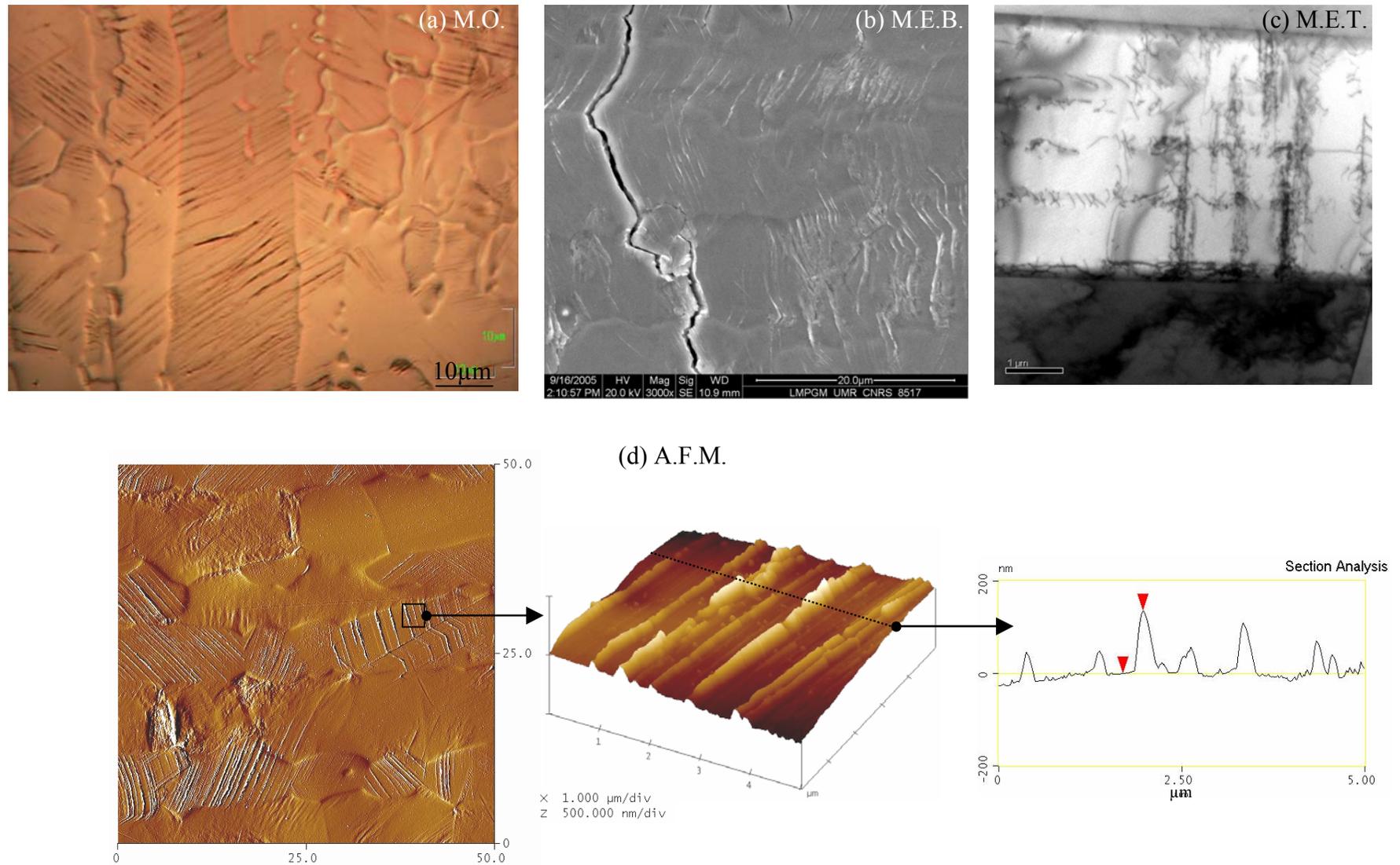


Figure I.22. Images MO (a), MET (b), MEB (c) et AFM (d) de l'endommagement d'un acier duplex 50% α -50% γ (22%Cr-5-Ni-3Mo-0,15N) après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=1\%$ ($\Delta\epsilon_p=0,458\%$) et jusqu'à rupture.

Ces dernières années, la création de la microscopie en champ proche SPM a permis l'étude en trois dimensions des surfaces solides jusqu'à l'échelle atomique. En conséquence, à partir des années 1990, le Microscope à Force Atomique AFM (un des dérivés de la SPM) est devenu l'un des outils les plus importants pour l'observation de l'endommagement en surface après déformation plastique, offrant la possibilité de générer des données quantitatives à haute résolution. Le principe et les caractéristiques générales de la microscopie à force atomique sont présentés dans l'annexe 1.

Cette partie sera dédiée à une synthèse bibliographique de plusieurs travaux concernant l'étude de l'endommagement en surface des matériaux fatigués par cette technique. Les travaux sélectionnés ont été choisis en donnant la priorité aux aciers inoxydables ainsi qu'aux activités qui ont servi de base à cette étude.

I.4.1. Prédiction de la durée d'amorçage.

Les activités de recherche menées sur la fatigue du Titane commercial et des aciers faiblement alliés constituent les premières observations de l'émergence de bandes de glissement par AFM, comme conséquence de la sollicitation cyclique. [Harvey 1994] et al attribuent les différences dans les caractéristiques de bandes dans les différents matériaux étudiés aux différents types de glissement dans les différentes structures cristallines.

[Harvey 1994] et al introduisent les notions d'espace entre marches de glissement h_s et de hauteur de bande δ_s utiles pour calculer la fraction de déformation plastique (f) que produit un relief en surface:

$$f = \frac{\delta_s^{cum}}{N \Delta \varepsilon_p h_s}$$

Avec N = nombre des cycles

$\Delta \varepsilon_p$ = variation de la déformation plastique

δ_s^{cum} = déplacement accumulé (hauteur)

Postérieurement, Gerberich présente un premier modèle d'amorçage de fissures fondé sur la loi de Masson-Coffin et sur les données quantitatives obtenues par AFM :

$$N_i = \frac{\Delta K_{th}^2}{4\sigma_{ys} E \Delta \varepsilon_p h_s \alpha \ln[\beta + (d/D)^n]}$$

Avec ΔK_{th} = facteur d'intensité de contrainte

E = Module d'élasticité

σ_{ys} = Limite d'élasticité

d = diamètre du grain

D = diamètre de l'éprouvette (cylindrique)

Où ΔK_{th} (seuil de non fissuration) et h_s sont des données expérimentales et β , α et n sont les paramètres qui tiennent compte de l'influence de la taille des grains en surface sur les caractéristiques des bandes de glissement. Finalement, l'addition des principes et des données sur la propagation des fissures et les mécanismes de rupture permettent d'énoncer un modèle de durée de vie pour LCF et HCF du α -titane fatigué [Gerberich 1998].

I.4.2. Utilisation de l'AFM et l'EBSD pour étudier la fatigue des aciers austénitiques.

I.4.2.1. Couplage AFM – EBSD

L'amorçage des fissures en surface à partir des bandes de glissement dépend principalement de deux paramètres : i) la cristallographie locale qui favorise le glissement et l'endommagement et ii) le relief induit en surface qui sert de sites d'amorçage de microfissures. A partir de ces deux principes, [Villechaise 2002] a combiné l'utilisation de l'AFM et du MEB-EBSD pour étudier le relief de surface après stabilisation de la contrainte cyclique ($N > 5\%N_r$) dans l'acier 316L soumis à des essais de fatigue (LCF) sous vide.

Comme décrit figure I.23, Villechaise et collaborateurs [Villechaise 2002] proposent une description de l'extrusion comme une série de micromarches issues de l'émergence des dislocations à chaque cycle de fatigue. Les extrusions plus développées comprennent une partie lisse localisée au pied de l'extrusion, formée après un nombre de cycles important et des micromarches apparues au sommet de l'extrusion, au début de l'essai (figure I.23.a). La partie lisse permet de définir le plan de glissement activé, identifié par EBSD (figure I.23.b). Ce schéma est en accord avec le modèle de l'émergence des PSB à la surface libre de [Essmann 1981], qui propose également l'existence de deux parties dans une extrusion: une partie lisse au pied de l'extrusion et un profil irrégulier dans la partie supérieure.

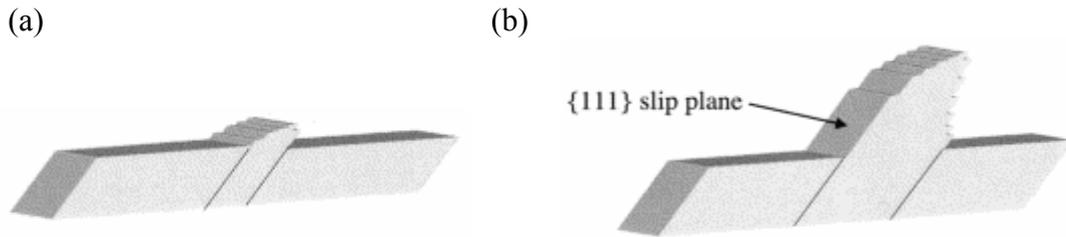


Figure I.23. Représentation schématique d'une petite extrusion (a) et une grande extrusion (b) à la surface libre.[Villechaise 2002]

Cependant, cette étude reste spécifique aux extrusions. Du fait des limitations de l'AFM (partie I.4.2), aucune information ne peut être faite au sujet de la formation des intrusions. Malgré cette limitation, Villechaise montre sans doute quelques avantages et perspectives de la combinaison de ces deux méthodes pour l'étude des extrusions dans les matériaux fatigués.

I.4.2.2. Validation des modèles d'endommagement

Avec l'objectif de trouver des données quantitatives qui puissent aider à valider les modèles d'endommagement par fatigue proposés auparavant [Essmann 1981; Polak 1987], ce groupe de chercheurs a étudié la formation du relief (morphologie et évolution) issu de la fatigue dans les aciers inoxydables de structure monophasée.

Dans ces premiers travaux [Man 2002], l'AFM a été utilisée pour réaliser une étude statistique de l'activité surfacique (à l'échelle de grain) dans l'acier 316L après essais LCF. Dans ce type de matériau, le relief en surface est caractérisé par la formation d'extrusions de profil triangulaire (*ribbon-like*) produit de l'intersection des bandes persistantes de glissement (PSB) avec la surface libre, figure I.24. Ils confirment l'influence de la taille et de la forme des grains sur la hauteur des extrusions, spécifiquement dans la direction du vecteur de burgers actif, figure I.24.a. Une première approche du rôle de la cristallographie a été faite par EBSD, mais ce paramètre ne semble pas être un paramètre déterminant dans la formation et les caractéristiques du relief dans les aciers austénitiques après les essais de fatigue.

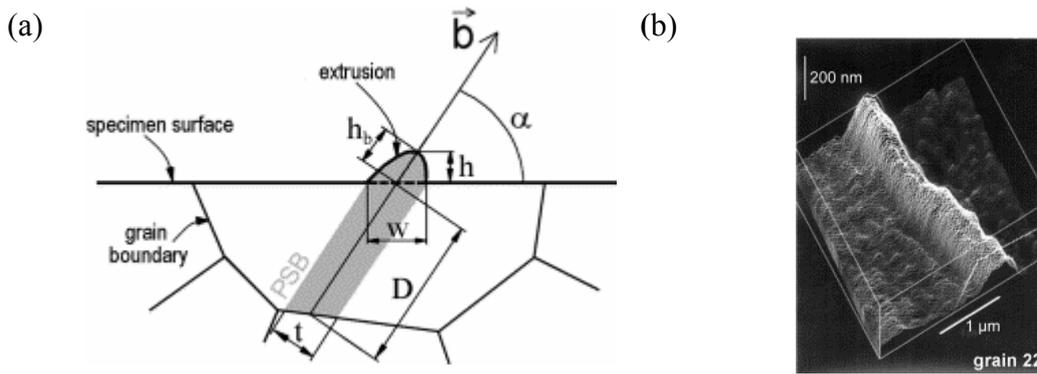


Figure I.24. Schéma de la formation des extrusions à partir d'une PSB, influence de la taille de grain (a). Image 3D montrant une extrusion de type « ribbon-like » dans l'acier 316L fatigué (b) [Man 2002].

Le relief dans les aciers ferritiques semble être plus varié que dans les aciers austénitiques. Deux morphologies typiques ont été observées dans le matériau étudié après la sollicitation cyclique: des extrusions très compactes (*band-like*) accompagnées d'une ou deux intrusions parallèles, similaires au relief observé auparavant dans les matériaux polycristallins FCC (figure I.25.a); marches de type « *cord-like* » avec des extrusions de hauteur très variable interrompues par des intrusions disposées de façon irrégulière s'ajoutant à des intrusions parallèles aux extrusions, figure I.25.b [Man 2004]. Cette morphologie est aussi liée à la formation des PSB observées par MET, lesquelles semblent avoir une largeur similaire à la largeur des marches en surface.[Petrenec 2006]

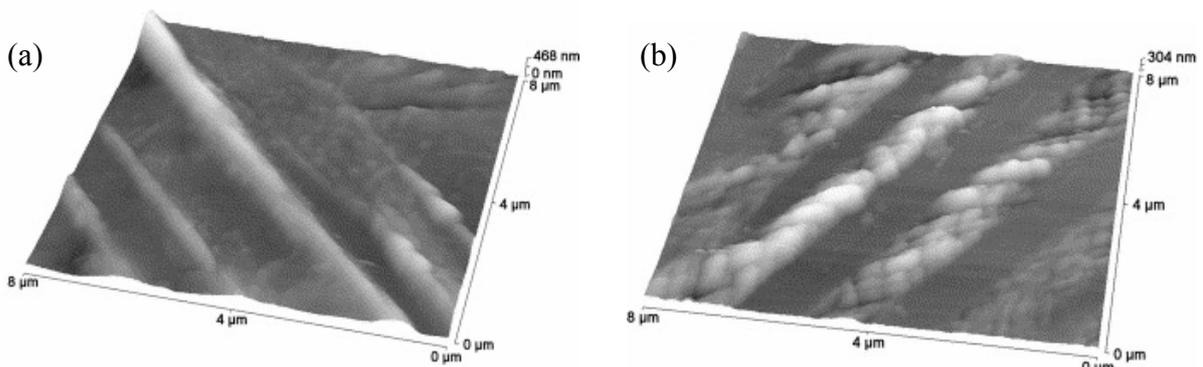


Figure I.25. Images AFM (3D) du relief en surface de l'acier X10CrAl24 après 2000 cycles à $\epsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$, extrusions type bande (a) et type corde (b)[Man 2004].

En termes d'évolution du relief pendant la sollicitation cyclique, [Man 2003] ont étudié par AFM la surface des aciers inoxydables à plusieurs pourcentages de la durée de vie. Pour le niveau de déformation étudié ($\Delta\epsilon_p=2 \times 10^{-3}$), le relief en surface commence à se développer dès

les premiers cycles de sollicitation mécanique (<10% de la durée de vie) du fait de la rapide localisation de la déformation plastique (formation des PSB). Les premières marches en surface ont été observées au début de l'étape d'adoucissement cyclique, au cours duquel les premières bandes de glissement persistantes ont aussi été observées par MET. De plus, ils ont trouvé qu'indépendamment des types d'acier (austénitique ou ferritique), les extrusions grandissent de façon continue pendant toute la durée de vie en fatigue. Avec une vitesse initiale très élevée, la croissance des extrusions ralentit jusqu'à une valeur qui se maintient constante jusqu'à la fin de la vie en fatigue (croissance des extrusions plus linéaire dans le cas des aciers austénitiques).

L'une des contributions les plus importantes des activités de [Polak 2003] concerne l'établissement des limitations de l'AFM dans l'étude de la morphologie des extrusions. Du fait des dimensions géométriques de la pointe, cette technique peut créer une distorsion dans le vrai profil des marches, et seule, la hauteur des extrusions peut être mesurable de façon précise, figure I.26.a. Cette distorsion explique aussi la présence de très peu d'intrusions dans les profils de la surface métallique fatiguée mesurées par AFM. Néanmoins, elles sont clairement observées et mesurées (via AFM) dans les profils des répliques sur film plastique de la même surface, figure I.26.b. L'utilisation d'un canaux d'émission des champs (MEB-FEG) pour l'analyse de la surface, permet de vérifier que seul le couplage de ces deux profils (surface métallique et réplique plastique de la surface) donne une vision complète des vraies dimensions et de la forme de la rugosité créée en surface après les essais de fatigue.

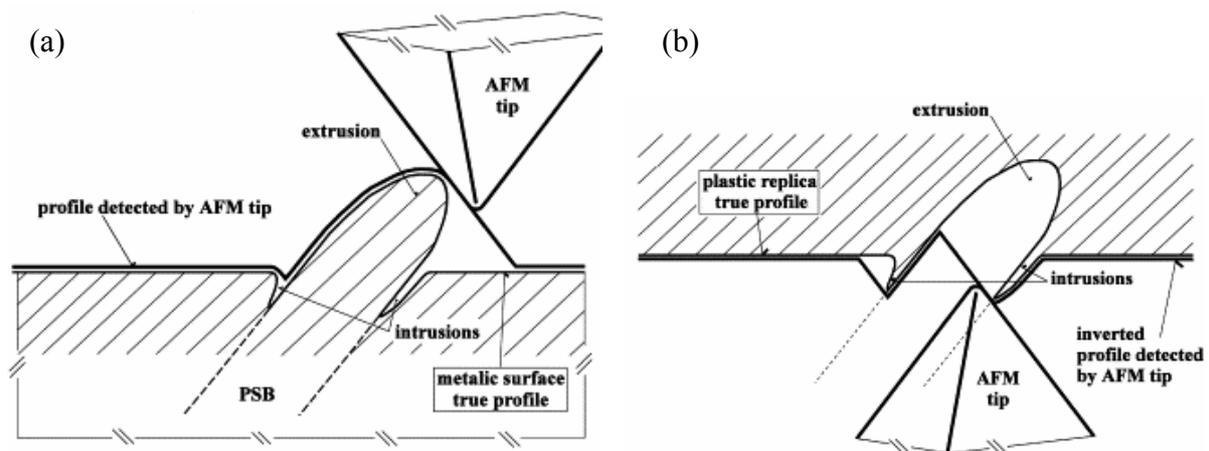


Figure I.26. Différences entre le vrai profil d'une marche persistante en surface (PSM) et le profil détecté par la pointe d'AFM (a) à la surface métallique et (b) de la réplique plastique de la surface [Polak 2003].

I.4.3. Etude des bandes de glissement et de l'amorçage des fissures dans le laiton- α .

En profitant de la résolution atomique de l'AFM pour l'étude des surfaces, [Nakai 2000] a étudié la formation et l'évolution des bandes de glissement pour établir les conditions de surface nécessaires pour l'amorçage des fissures dans le laiton- α après fatigue (HCF).

La réalisation de répliques plastiques de trois zones à plusieurs étapes d'avancement de l'essai de fatigue a rendu possible l'étude de l'évolution de la surface. Pour chaque fraction de durée de vie et zone étudiées, les répliques plastiques ont été obtenues à trois moments du cycle de chargement: i) état nul $\sigma = 0$ ii) contrainte maximale en traction iii) contrainte maximale en compression.

Grâce à cette procédure minutieuse d'évaluation de la topographie et à la haute résolution en trois dimensions de l'AFM, [Nakai 2000] ont pu suivre de manière très précise l'endommagement par sollicitation cyclique de la surface du laiton- α . L'étude montre que pour une même zone, mis à part les marches observées pendant tout l'essai, il existe une série de marches en surface seulement visibles aux valeurs maximales du chargement (traction ou compression). Ces marches, principalement observées au début de l'essai de fatigue, ont été attribuées à la déformation monotone.

Le suivi de l'évolution de la dimension latérale des marches (largeur) w , de la hauteur des extrusions h et de la profondeur des intrusions d au cours de l'essai, a permis à [Nakai 2000] de proposer que l'amorçage des fissures à partir des bandes de glissement peut être identifié avec un changement drastique de l'évolution de l'un de ces trois paramètres. Ce changement drastique de w , h ou d a été attribué à la morphologie et à l'orientation de la bande de glissement par rapport à l'axe de sollicitation. Bien que ce groupe de chercheurs ait proposé une procédure expérimentale innovante pour évaluer la surface endommagée des matériaux métalliques par l'AFM, cette étude reste très locale et la méthode proposée pour la détermination de l'amorçage de fissure est spécifique au grain et à la marche concernée. Par ailleurs, Nakai et al ne commentent pas les limitations de l'AFM dans la mesure des caractéristiques des extrusions et intrusions, comme l'ont fait Polak et ses collaborateurs (section I.4.B.). Pour cette raison, les conclusions de ces travaux doivent être prises en compte avec beaucoup de précaution, surtout en ce qui concerne les données quantitatives.

I.4.4. Conclusions

Cette partie montre clairement le potentiel de la technique de Microscopie à Force Atomique (AFM) pour l'étude de l'endommagement en surface des métaux après sollicitation cyclique. Par sa capacité à générer des données quantitatives à haute résolution, l'AFM s'avère très utile pour l'étude précise de l'évolution du relief et l'amorçage des fissures, et donc pour la validation des modèles qui expliquent le comportement en fatigue de divers matériaux.

I.5. Conclusion du chapitre I

Ce premier chapitre décrit les caractéristiques générales des aciers inoxydables duplex (DSS), en s'intéressant principalement à la composition chimique, à la microstructure, aux propriétés mécaniques, à la résistance à la corrosion, et aux domaines d'application dans l'industrie.

Des études détaillées en fatigue des DSS ont permis un avancement important dans la compréhension des mécanismes d'accommodation plastique, grâce à l'analyse des structures de dislocations existant dans l'austénite et la ferrite, les deux phases constituantes des DSS, à différents niveaux de déformation cyclique. L'endommagement en surface semble être en accord avec l'activité plastique observée au cœur du matériau. Cependant, les techniques utilisées jusqu'à présent ne rendent pas compte des caractéristiques de la rugosité générée en surface. L'information en surface reste limitée à la distribution du relief dans les deux phases des DSS et la caractérisation des sites d'amorçage de fissures manque de précision.

Ainsi, afin d'avancer dans la compréhension du comportement sous charges cycliques, de la structure biphasée complexe des aciers duplex, la microscopie à force atomique apparaît comme une technique adaptée pour étudier de manière précise l'endommagement par fatigue en surface. De plus, en tenant compte des structures de dislocations créées au cœur du matériau, l'information quantitative en surface générée par l'AFM pourra être utilisée pour étudier les interactions, ainsi que le partage de l'activité plastique entre l'austénite et ferrite.

Deuxième chapitre

Présentation des matériaux et étude préliminaire de l'évolution de la topographie surfactive consécutive à un chargement monotone

II.1. Matériaux d'étude.....	71
II.1.1. Caractéristiques générales du B6A911.....	71
II.1.2. Caractéristiques générales de l'acier UR52N+.....	77
II.1.3. Conclusions	799
II.2. Etude préliminaire de la localisation en surface de la déformation plastique monotone d'un acier duplex.....	80
II.2.1. Protocole Expérimental	80
II.2.2. Résultats et discussion.....	85
II.2.3. Conclusions	92

II.1. Matériaux d'étude

Deux aciers inoxydables duplex de compositions chimiques et fractions volumiques similaires, mais de modes d'élaboration différents, ont été utilisés dans cette étude. En ce qui concerne l'étude de surface en sollicitation cyclique, le matériau choisi est un acier inoxydable duplex produit par Böhler Edelstahl GmbH et dénommé BÖA911. La nuance connue sous la désignation commerciale UR52N+ et produite par Creusot Loire Industrie a été utilisée pour l'étude en surface après sollicitation monotone. Le comportement cyclique de ces deux aciers a été sujet d'étude au sein du Laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux, dans le cadre d'une thèse de doctorat antérieure [Massol 2001].

II.1.1. Caractéristiques générales du BÖA911

II.1.1.1. Composition chimique et mode d'élaboration

La composition chimique de l'acier BÖA911 est donnée dans le tableau II.1. Du fait de sa teneur assez élevée en chrome (25%), en nickel (7%) et en azote (0,25%), cette nuance fait partie de la troisième génération d'aciers duplex. Aussi appelés *superduplex*, ces aciers sont caractérisés par une très haute résistance mécanique et une résistance à la corrosion (sous contrainte, par piqûres et par crevasses) bien supérieure à celle des générations précédentes. Avec les aciers duplex de deuxième génération (22%Cr et 5%Ni), ils sont les plus utilisés dans le monde industriel, notamment pour les applications en milieux très corrosifs : extraction du pétrole *off-shore* (milieu marin); raffineries et industrie pétrochimique (milieux chlorés); industrie du papier; échangeurs de chaleur, unités de désulfuration et de désalinisation.

<i>Eléments Chimiques</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Mn</i>	<i>N</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>
% Massique	25,3	7,16	3,54	0,48	0,25	0,22	Bal.

Tableau II.1. Composition chimique de l'acier BÖA911.

L'acier BÖA911 est élaboré dans un four à arc électrique et par le procédé VOD. Le matériau a été livré sous forme de barres de section parallélépipédique (dimensions 45x12mm). Cette géométrie est obtenue grâce au type de laminoir composé de quatre rouleaux (deux axes). La mise en forme comprend les étapes suivantes:

- Pré-laminage à chaud: 40 passages au laminoir jusqu'à une épaisseur de 110mm.
- 1^{er} étape de mise en forme de la barre : diminution de l'épaisseur jusqu'à 70mm en 4 passages au laminoir.
- 2^{ème} étape de mise en forme de la barre : diminution de la section en 16 passages au laminoir jusqu'aux dimensions requises (45x12mm).

Finalement, la barre à l'état de livraison a subi un traitement thermique de mise en solution à 1070°C pendant 20 minutes suivi d'une trempe à l'eau.

II.1.1.2. Caractérisation microstructurale et dureté

Microstructure

Les matériaux biphasés, comme le BÖA911, présentent une microstructure bien caractéristique. La figure II.1 montre une micrographie de l'acier étudié, après attaque électrochimique (80 secondes à 1,8 volts et 0,16 ampères, dans une solution contenant 80ml d'acide nitrique -HNO₃- et 120ml d'eau distillée).

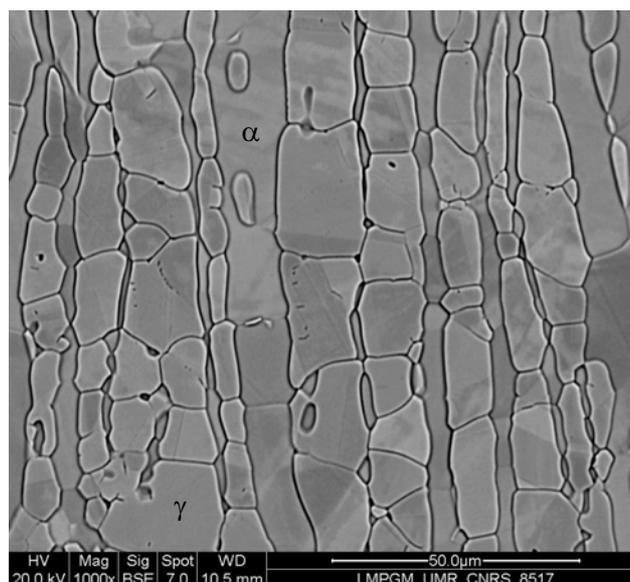


Figure II.1. Image MEB-BSE de la microstructure de l'acier BÖA911.

La microstructure du matériau est constituée d'îlots d'austénite dans une matrice ferritique. Comme son nom l'indique, l'acier *duplex* B6A911 a des proportions de phases équivalentes. La fraction volumique des phases, mesurée à l'aide de la technique de diffraction d'électrons rétro-diffusés (EBSD), est de 51% d'austénite (phase γ , de structure cristalline CFC) et de 49% de ferrite (phase α , de structure cristalline CC). La disposition des phases dans l'acier à l'état de réception est principalement le résultat du procédé de mise en forme, et les caractéristiques géométriques des îlots austénitiques dépendent de leur orientation par rapport au sens de laminage (figure II.2).

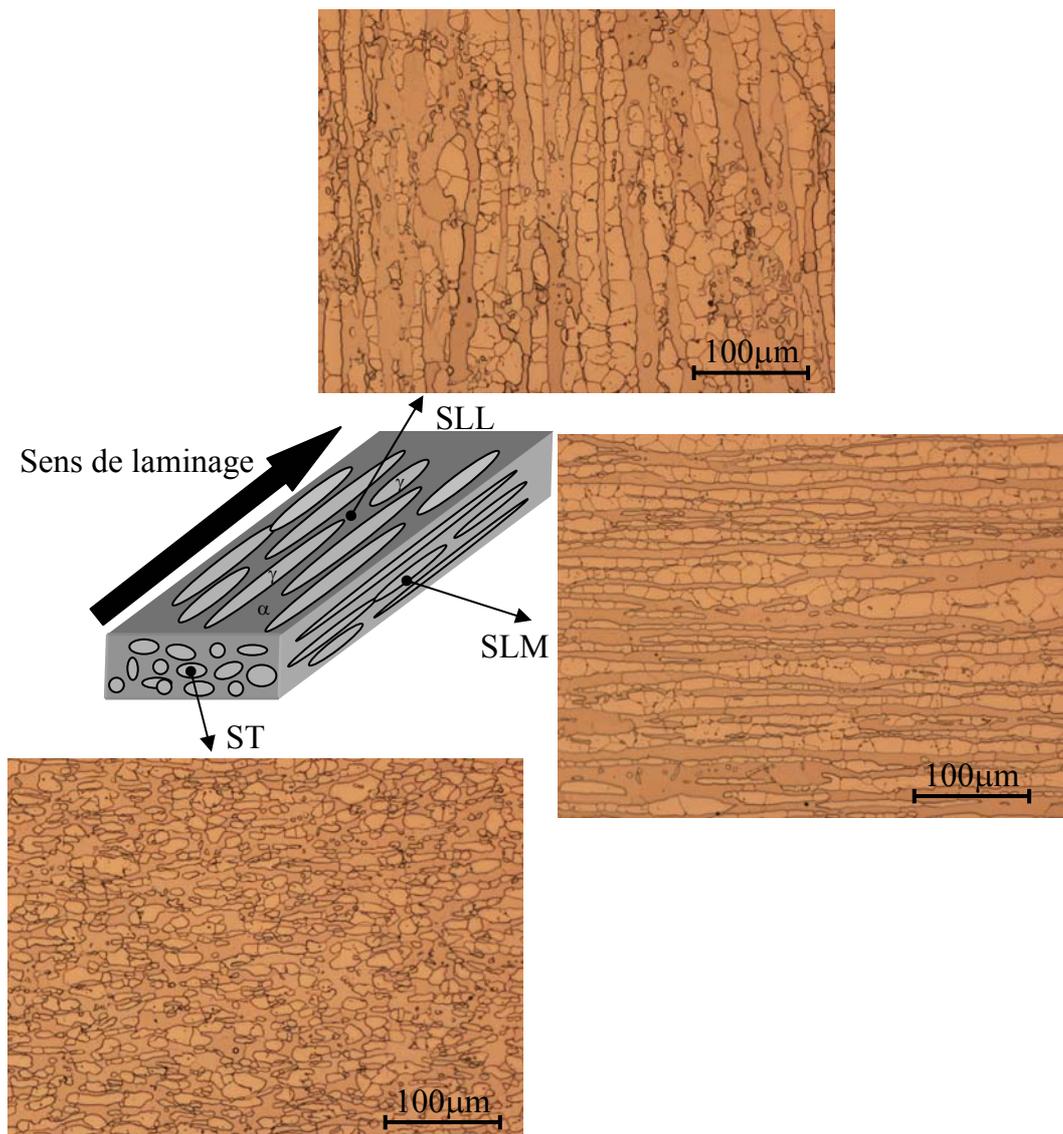


Figure II.2. Microstructure de l'acier B6A911 selon la direction du laminage : dans sens du laminage large (SLL), dans le sens du laminage mince (SLM) et dans le sens travers (ST).

Images prises par microscopie optique (MO).

Dans le sens de laminage (SLL et SLM), les îlots sont allongés dans la même direction tandis que dans le plan perpendiculaire (sens travers TC), la phase austénitique est visible sous la forme de grains plutôt arrondis.

Concernant la taille des grains, le diamètre moyen dans le sens de laminage est de $6,5 \pm 2,7 \mu\text{m}$ pour la phase austénitique et de $10,0 \pm 6,2 \mu\text{m}$ pour la phase ferritique. Dans le sens travers court, la taille de grain moyen est similaire dans les deux phases, égale à $5 \mu\text{m}$. On note ainsi une diminution de la taille de grain dans le sens travers court par rapport à celle mesurée dans le sens de laminage, surtout pour la phase α . Les mesures de taille de grain ont été réalisées par la technique de EBSD. En utilisant cette méthode, les joints de grains sont identifiés à l'aide des données d'orientations cristallographiques entre les grains adjacents. En conséquence, la mesure des dimensions de grains est très précise et enlève les ambiguïtés entre zones différemment attaquées commises par les méthodes de mesure conventionnelles. Afin de rester au plus proche des caractéristiques du matériau produit à grande échelle, exception faite du traitement thermique spécifié dans la section précédente, aucun traitement d'homogénéisation de la taille de grain n'a été effectué. Pour cette raison, il est important de mentionner le caractère aléatoire de la distribution de diamètres de grain pour tous les cas présentés.

L'analyse EBSD a également été utilisée pour mettre en évidence une éventuelle texture cristallographique. La figure II.3 montre une zone représentative de la texture de chaque phase de l'acier duplex BøA911. La phase ferritique est préférentiellement orientée, avec une texture proche du type $\langle 001 \rangle$ perpendiculaire à la surface (figure II.3.a). La phase austénitique, malgré une fraction de grains légèrement plus importante avec une texture proche du type $\langle 101 \rangle$, peut être considérée de texture aléatoire (figure II.3.b).

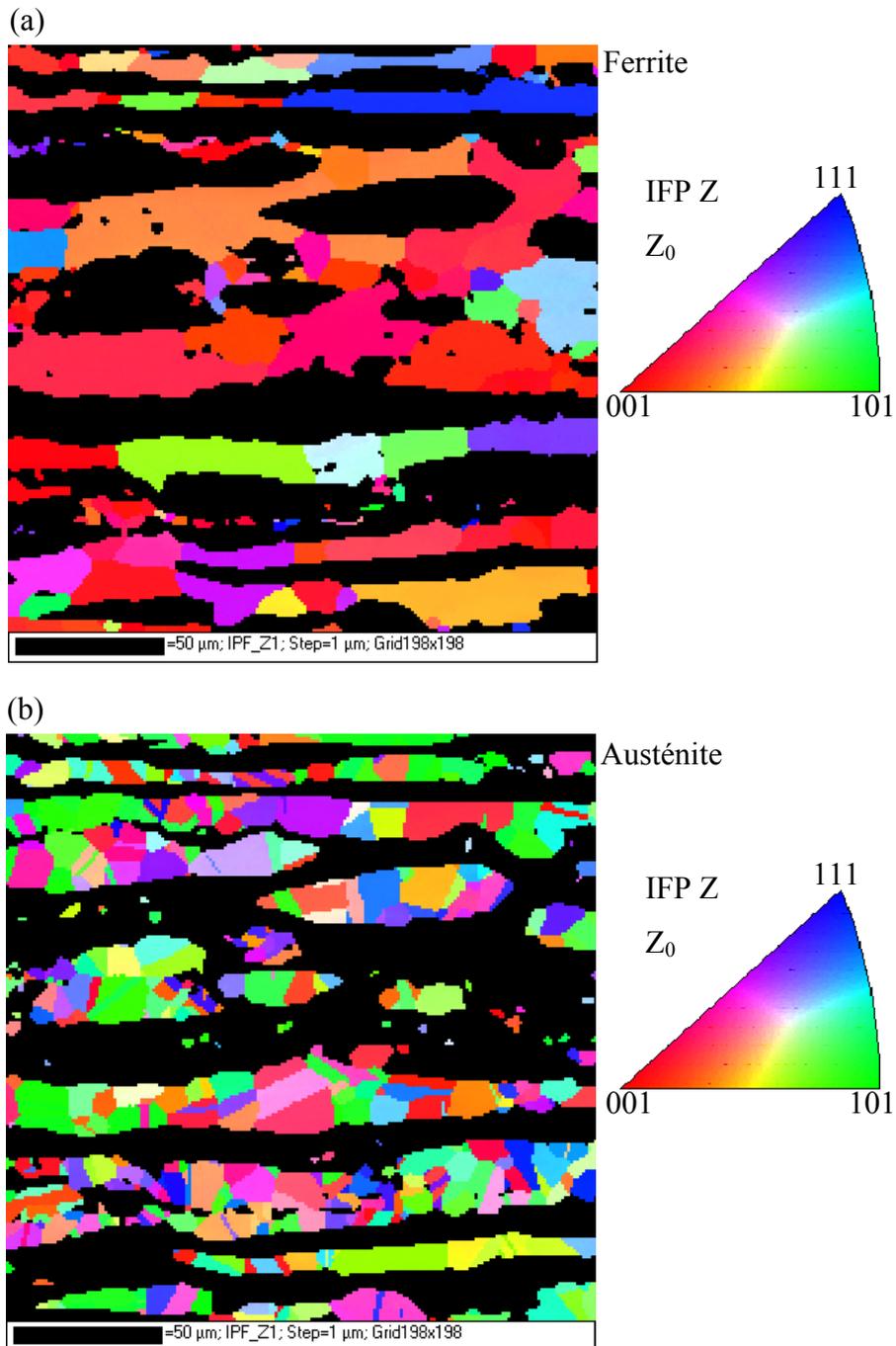


Figure II.3. Cartographie EBSD d'une zone représentative de la texture de chaque phase de l'acier duplex BÖA911. (a) Phase ferritique en couleurs et phase austénitique en noir, (b) phase austénitique en couleurs et phase ferritique en noir.

Dureté

Les mesures de macro-dureté ont permis d'avoir un aperçu général, facilement comparable, des propriétés mécaniques de l'acier étudié et parallèlement, de comparer la résistance à la déformation dans les trois directions (par rapport au sens de laminage) définies

précédemment. Le tableau II.2 donne les valeurs moyennes de macro-dureté Vickers. La charge utilisée est de 2000 gramme-force (19,62 newtons).

<i>Dureté Vickers</i>	<i>SLL</i>	<i>SLM</i>	<i>ST</i>
Hv₂₀₀₀	282 ± 4	286 ± 2	287 ± 5

Tableau II.2. Dureté Vickers de l'acier B0A911 dans la direction parallèle (SLL et SLM) et travers (STL) au sens de laminage.

Pour évaluer la déformabilité de chacune des phases de l'alliage, des mesures de micro-dureté ont été effectuées sur des éprouvettes préalablement polies électrolytiquement et attaquées, avec une charge de 10 grammes-force et une vitesse de mise en charge de 10µm/sec (tableau II.3). Ces conditions permettent d'obtenir la dureté d'une seule phase, minimisant l'effet des interphases dans la mesure. On remarque que malgré le durcissement de l'austénite par solution solide d'azote (0,25%), la ferrite reste légèrement plus dure. Cependant, les valeurs mesurées dans les deux phases peuvent être considérées relativement proches.

<i>Micro-dureté Vickers</i>	<i>Phase</i>	<i>SLL</i>	<i>ST</i>
Hv ₁₀	Austénite	312 ± 7	301 ± 10
	Ferrite	320 ± 17	331 ± 11

Tableau II.3. Mesures de micro-dureté de l'austénite et de la ferrite dans les sens parallèle large (SLL) et perpendiculaire (ST) au sens de laminage. Les valeurs indiquées sont les valeurs moyennes obtenues sur 30 indentations.

II.1.1.3. Propriétés en fatigue oligocyclique (LCF)

Des éprouvettes cylindriques de 6mm de diamètre, avec une zone utile de 10mm de longueur et usinées dans le sens de laminage, ont été utilisées. Des essais de fatigue ont été réalisés à température et atmosphère du laboratoire sur une machine servo-hydraulique à des variations de déformation totale ($\Delta\epsilon_t$) comprises entre 0,8 et 1,6%, avec un signal triangulaire symétrique ($R_\epsilon = -1$) et une vitesse de déformation de $4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. La figure II.4 montre

l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les niveaux de déformation étudiés.

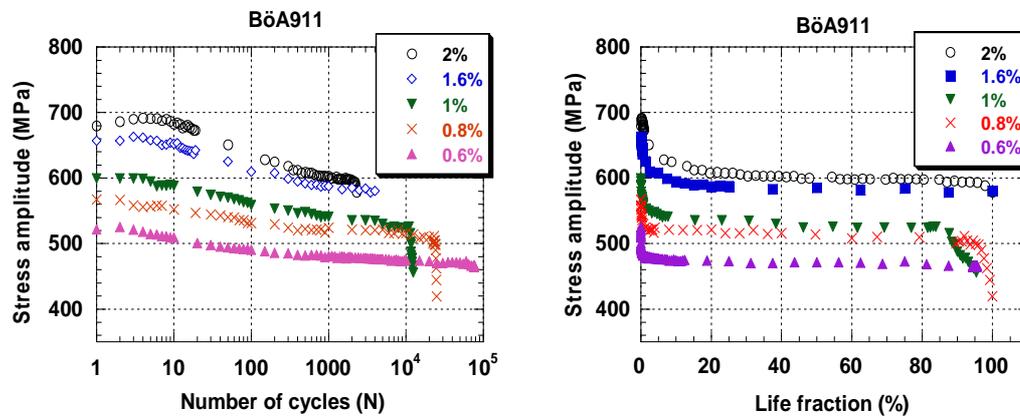


Figure II.4. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (gauche) et de la fraction de durée de vie (droite) pour diverses variations de déformation imposée pour l'acier B6A911 [Massol 2001].

L'acier B6A911 présente des propriétés en fatigue (niveaux de contrainte, durée des différents étapes d'accommodation cyclique et durée de vie) équivalentes à celles des nuances de composition chimique similaire, étudiées par de nombreux auteurs [Xia 1992; Mateo 2001; Vogt 2001].

Le B6A911 présente les trois régimes différents dans les courbes d'érouissage cyclique, caractéristiques des aciers duplex (section I.3.1). A faible amplitude de déformation, l'accommodation de la plasticité et l'amorçage de fissures, analysées par microscopie électronique à balayage en surface d'éprouvette, a lieu principalement dans l'austénite tandis qu'à haut niveau de déformation, des extrusions témoignant de l'accommodation de la plasticité sont observées dans les deux phases. Finalement, aux niveaux de déformation les plus élevés, cette activité mixte va évoluer vers un régime nettement plus « ferritique », constaté par une activité (extrusions et amorçage de fissures) qui est d'autant plus importante dans cette phase avec l'augmentation de la déformation.

II.1.2. Caractéristiques générales de l'acier UR52N+

La nuance UR52N+ correspond à un acier inoxydable duplex de composition chimique (tableau II.4.) et de microstructure similaire à celles de l'acier B6A911, mais dont le mode

d'élaboration diffère par la présence d'un seul système de rouleaux de laminage conduisant à un produit fini sous forme de barre. Cette nuance est produite par Creusot Loire Industrie dans un four à arc électrique par le procédé VOD.

<i>Eléments chimiques</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Mn</i>	<i>N</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>
% Massique	24,81	6,56	3,71	0,98	0,24	0,36	Bal.

Tableau II.4. Composition chimique de l'acier UR52N+.

La figure II.5 présente la microstructure caractéristique de l'acier l'UR52N+ après un traitement thermique de mise en solution à 1100°C pendant 50 minutes, et suivi d'une trempe à l'eau. Comme pour l'acier BōA911, des îlots d'austénite allongés dans le sens de laminage sont noyés, en fraction volumique équivalente (50,6% α et 49,4% γ), dans une matrice ferritique. Concernant la taille des grains, le diamètre moyen dans le sens de laminage est de $11,0 \pm 5,2 \mu\text{m}$ pour la phase austénitique et de $16,4 \pm 11,0 \mu\text{m}$ pour la phase ferritique. En terme de micro-dureté, les valeurs restent proches de celles du BōA911, 309 ± 35 et $311 \pm 35 \text{ Hv}_{10}$ pour l'austénite et la ferrite respectivement.

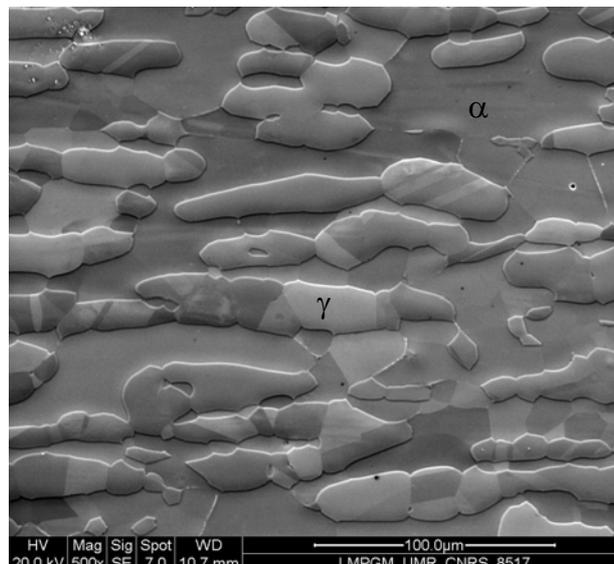


Figure II.5. Microstructure de l'acier UR52N+ (traitement thermique de mise en solution à 1100°C pendant 50 minutes suivi d'une trempe à l'eau).

II.1.3. Conclusions

L'aciers B6A911 et UR52N+ pr6sentent des microstructures caract6ristiques des aciers inoxydables duplex: des 6lots aust6nitiques allong6s dans le sens du laminage, 6 l'int6rieur d'une matrice ferritique. Egalement, les deux nuances pr6sentent des fractions volumiques 6quivalentes des deux phases (aust6nite et ferrite), et des duret6s similaires.

En terme de comportement en fatigue oligocyclique, la r6ponse cyclique du B6A911 est similaire 6 celle d6crite dans la litt6rature pour d'autres DSS. Ce mat6riau pr6sente les trois r6gimes caract6ristiques selon le niveau de d6formation cyclique. A faible amplitude de d6formation, l'accommodation de la plasticit6 et l'amor6age de fissures ont lieu principalement dans l'aust6nite tandis qu'6 hauts niveaux, des extrusions t6moignant l'activit6 plastique, sont observ6es dans les deux phases. Finalement, aux niveaux de d6formation les plus 6lev6s, cette activit6 mixte va 6voluer vers un r6gime nettement plus « ferritique ».

II.2. Etude préliminaire de la localisation en surface de la déformation plastique monotone d'un acier duplex

L'objectif de cette partie est d'étudier l'activité de chaque phase d'un acier duplex selon le niveau de déformation plastique monotone. Pour atteindre cet objectif, une analyse de la surface des grains austénitiques et ferritiques de l'acier UR52N+ a été réalisée par microscopie à force atomique (AFM), après les essais de traction à quatre valeurs de déformation différentes. Suite à la mise au point d'un protocole de préparation et d'analyse par AFM de la surface de ce type de matériau, une caractérisation détaillée des morphologies des glissements en surface des deux phases est réalisée après la sollicitation monotone et finalement, une étude de la distribution de ces morphologies en fonction de la déformation imposée est présentée.

II.2.1. Protocole Expérimental

II.2.1.1. Eprouvette et montage

Des éprouvettes plates (figure II.6), extraites de la plaque d'acier par électroérosion et dans le sens du laminage, ont été utilisées pour la réalisation des essais de traction. Les dimensions des éprouvettes ont été choisies en prenant en compte les limitations en taille des échantillons observables par le modèle d'AFM utilisé.

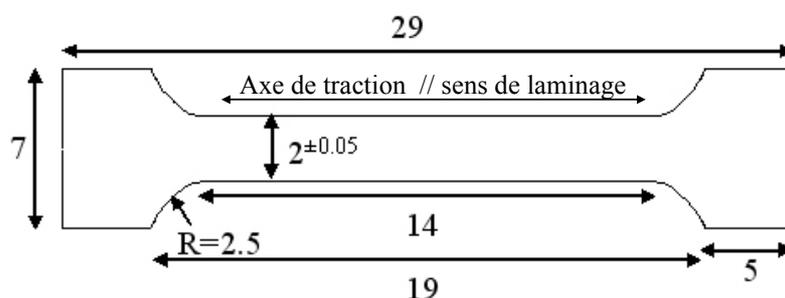


Figure II.6. Schéma d'une éprouvette de traction (dimensions en mm), épaisseur égale à 2mm.

Avant la sollicitation monotone, chacune des éprouvettes a subi deux étapes de préparation: un polissage mécanique et un polissage électrolytique afin d'éliminer toutes les irrégularités de surface qui pourraient altérer la réponse mécanique du matériau. Le polissage mécanique a été réalisé à l'aide de papiers abrasifs de carbure de silicium, avec une granulométrie comprise entre 80 et 4000. Pour terminer la préparation de la surface de l'éprouvette, celle-ci a été polie électrolytiquement dans un bain d'acide acétique (75%), d'acide perchlorique (25%) et d'eau distillée (5%), à 10°C, sous une tension de 14 volts et une densité de courant de 0,8 ampères pendant 30 secondes.

Le polissage électrolytique constitue l'une des étapes les plus importantes de la préparation des échantillons puisque cette technique élimine la couche écrouie générée lors de l'étape de polissage mécanique et permet de générer un état de surface libre de rayures, ce qui rend possible une observation précise de la surface par AFM (figure II.7). Du fait de la différence de vitesses de dissolution entre chacune des phases de l'acier duplex, cette technique produit à l'état final, une différence de hauteur entre la ferrite et l'austénite permettant de les différencier nettement par AFM (figure II.7). Cependant, seules des conditions adéquates de polissage électrolytique permettent d'atteindre un compromis en terme de différence de hauteur entre les deux phases pour éviter que ce relief puisse nuire à la précision de la technique d'analyse.

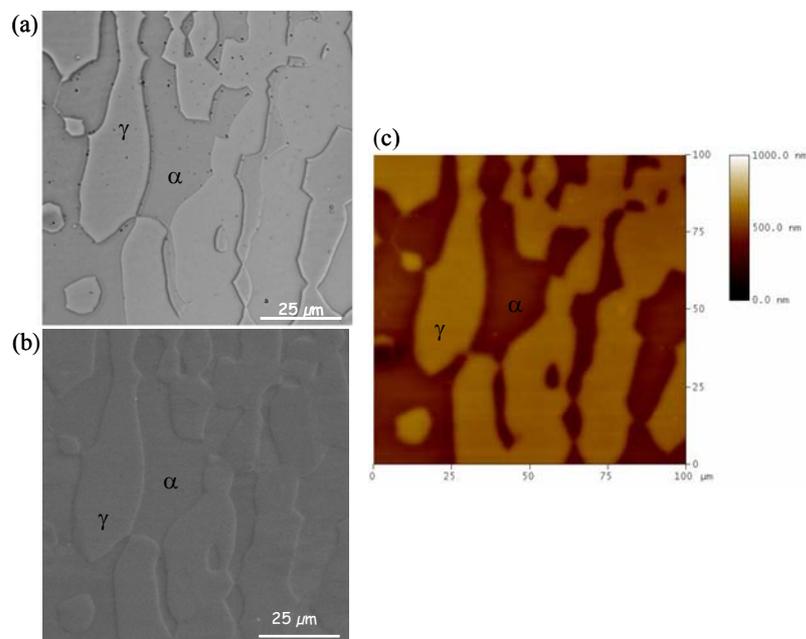


Figure II.7. Micrographie par MO (a), MEB-SE (b) et par AFM en mode hauteur (c) de la même zone en surface de UR52N+ après le polissage électrolytique.

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électro-mécanique UTS de capacité maximale égale à 20KN. Comme le montre la figure II.8, le montage est constitué d'un système de mors conçu pour des micro éprouvettes de traction plates, d'épaisseur variable. La charge a été mesurée grâce à un capteur de force qui est solidaire du système d'amarrage supérieur, lequel est mobile. La déformation au niveau de l'éprouvette est évaluée à partir du déplacement vertical de la traverse supérieure mesurée au cours de l'essai. La vitesse de déplacement du mors supérieur a été fixée à 0,014mm/s, ce qui est équivalent à une vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$. En prenant en compte la déformation du montage et le comportement élastique du matériau, quatre essais de traction interrompus, à quatre valeurs différentes de déformation plastique ont été réalisés (0,2% ; 0,7% ; 1,15% et 1,8%). Après sollicitation mécanique, une tronçonneuse de précision à disque diamant a été utilisée pour découper des échantillons dans la zone utile de l'éprouvette, afin d'analyser par AFM les évolutions induites par la déformation plastique au niveau de la surface.



Figure II.8. Ensemble du montage de traction.

II.2.1.2. Caractérisation de la surface

Une analyse préliminaire de la surface déformée par MO et MEB (modèle FEI Quanta 400) a permis de choisir une zone représentative de la microstructure du UR52N+, pour l'étude par

AFM. Parallèlement, cette analyse a permis de comparer les performances des trois techniques d'analyse.

Pour cette étude, les surfaces déformées ont été analysées avec un microscope à force atomique Veeco Nanoscope III, offrant une surface maximale d'analyse de $150\mu\text{m} \times 150\mu\text{m}$ et une hauteur maximale de $5,7\mu\text{m}$. Les mesures ont été réalisées en mode contact à température et atmosphère ambiantes. Des pointes de géométrie pyramidale (rayon de courbure inférieur à 15nm et un angle égal à 35°) en nitrure de silicium ont été utilisées et remplacées régulièrement pour éviter la perte de précision provoquée par l'usure de la pointe.

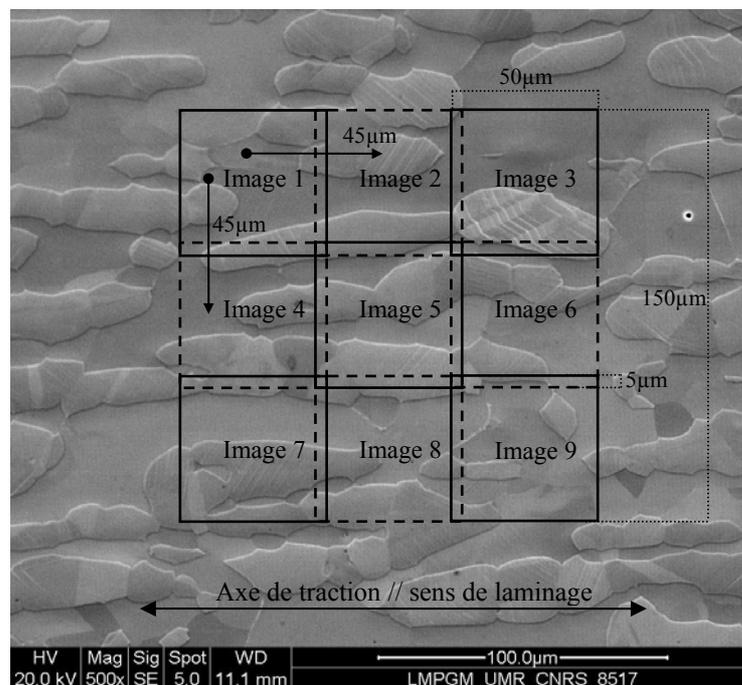


Figure II.9. Schéma de la disposition des images AFM prises pour l'étude d'une zone de $140\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$.

Pour chaque niveau de déformation, une zone de $140\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$, représentative de la distribution des phases et des morphologies des îlots d'austénite dans toute l'éprouvette, a été analysée (figure II.9). Pour toutes les images présentées dans cette partie, l'axe de chargement est horizontal. Ces zones ont été choisies suffisamment éloignées des congés de raccordement et des bords des éprouvettes pour minimiser les effets possibles de la dispersion de déformation. De plus, chaque zone est composée de neuf images AFM de $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ espacées de $45\mu\text{m}$ les unes des autres (comme indiqué figure II.9). Une surface de balayage

de $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ avec 512 pixels par ligne et 512 lignes, permet d'avoir une résolution théorique latérale de $0,098\mu\text{m}$.

Systématiquement, deux types d'image AFM ont été prises, le mode « hauteur » et le mode « signal d'erreur » (figure II.10). Le mode « hauteur » fournit des informations topographiques. Dans le cas de cette étude, les hauteurs *SBH* et les espacements entre lignes *SBS* sont obtenus grâce à ce mode, afin d'étudier quantitativement le glissement en surface. Aussi nommée mode « dérivé », le second mode reflète les variations des interactions pointe AFM-échantillon permettant la caractérisation qualitative des morphologies créées en surface (annexe 1).

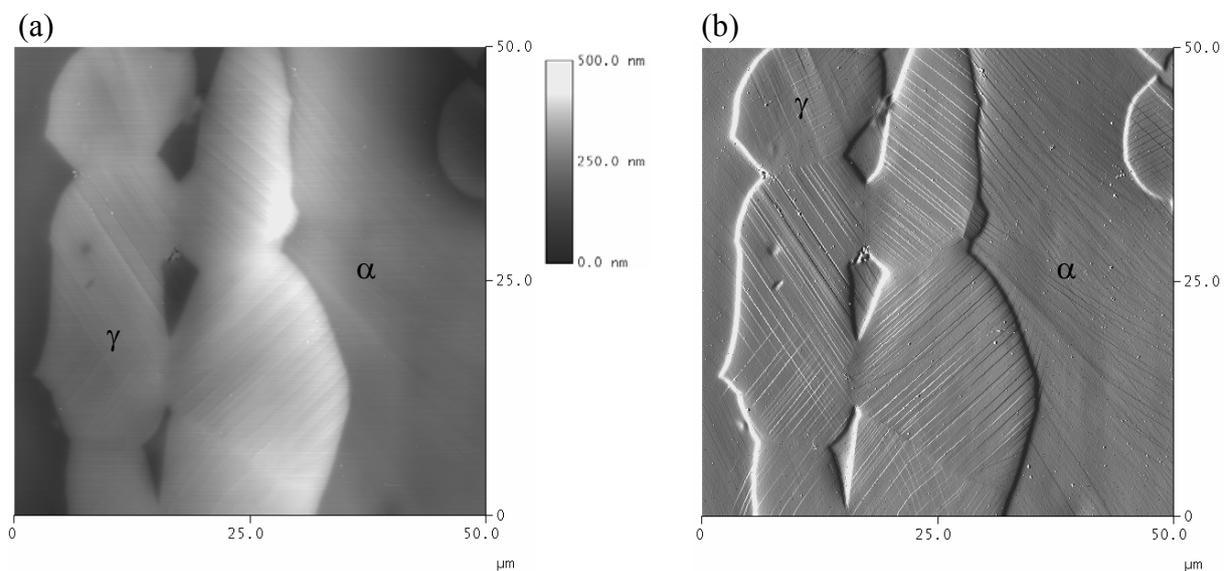


Figure II.10. Visualisation par AFM des lignes de glissement en mode « hauteur » (a) et en mode « erreur » (b).

Pour les deux modes d'image présentés précédemment, une analyse des morphologies dans la surface déformée, avec différentes tailles d'image, a permis de montrer que la totalité des lignes de glissement pouvait être imagée et que leurs caractéristiques géométriques pouvaient être mesurées avec une précision acceptable. Même des lignes particulières, telles que des traces de glissement dévié pouvant relier deux lignes de glissements parallèles, correspondant au système glissement activé sont aussi détectables. De plus, afin de s'assurer que le profil observé par AFM n'était pas induit par un effet de pointe, il a été vérifié, pour le mode topographie, que la hauteur des marches enregistrées était toujours inférieure à la hauteur maximale entre deux pixels expérimentaux observables selon les conditions de travail choisies (annexe 1).

Dans un premier temps, une caractérisation et une classification des différentes lignes de glissement présentes en surface des deux phases, ont été réalisées. Cette caractérisation a été suivie d'une étude de répartition des lignes de glissement dans l'ensemble des zones étudiées. Finalement, afin de donner un caractère semi-quantitatif à l'étude, pour certains grains, les dimensions des marches en surface (paramètres *SBH* et *SBS*) ont été mesurées (figure II.11).

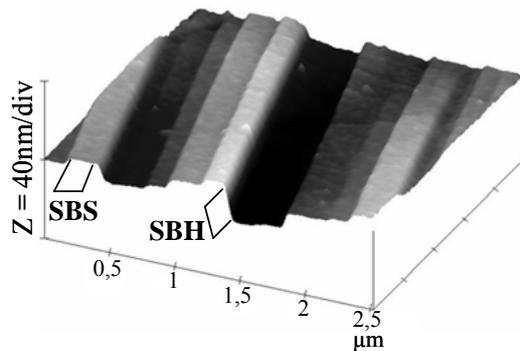


Figure II.11. Image AFM en mode hauteur (3D) montrant des exemples de hauteur des marches de glissement *SBH* et de l'espace entre marches *SBS* à l'intérieur d'un grain austénitique.

Pour prendre en considération les dimensions des grains, la distribution des phases et les caractéristiques cristallographiques de chacune des phases (identification des systèmes actifs, facteurs de Schmid, entre autres), une analyse par EBSD a été réalisée avant sollicitation monotone sur les échantillons testés aux deux valeurs de déformation les plus élevées (1,15% ; 1,18%). Ceci a permis de compléter par une description cristallographique l'étude du relief en surface réalisée par AFM. Un système d'EBSD HKL adapté au MEB a été utilisé avec un pas de 2μm. Le taux d'indexation obtenu a toujours été supérieur à 80%.

II.2.2. Résultats et discussion

II.2.2.1. Caractérisation du relief créé en surface après la sollicitation monotone

La surface des *grains austénitiques* présente des changements de rugosité à tous les niveaux de déformation étudiés. Comme le montre la figure II.12, et en accord avec les observations de [Menard 2005] pour l'acier austénitique 316L, la morphologie typique du relief dans la phase γ de l'acier duplex est caractérisée par des lignes de glissement rectilignes, ayant un

profil en marche d'escalier, pratiquement équidistantes les unes des autres et traversant en général tout le grain concerné.

Ces lignes de glissement résultent de l'intersection du plan de glissement activé avec la surface libre du matériau (sortie des dislocations en surface). Grâce à l'orientation cristallographique de chaque grain, obtenue par la technique EBSD, il a été possible de vérifier que les marches observées en surface correspondent systématiquement à un des 12 systèmes de glissement $\{111\}\langle 1-10\rangle$ de la structure CFC [Menard 2005; Frechard 2006]. De plus, pour chaque trace observée en surface, il existe toujours un système de glissement (plan et direction) avec un facteur de Schmid égal ou supérieur à 0,45.

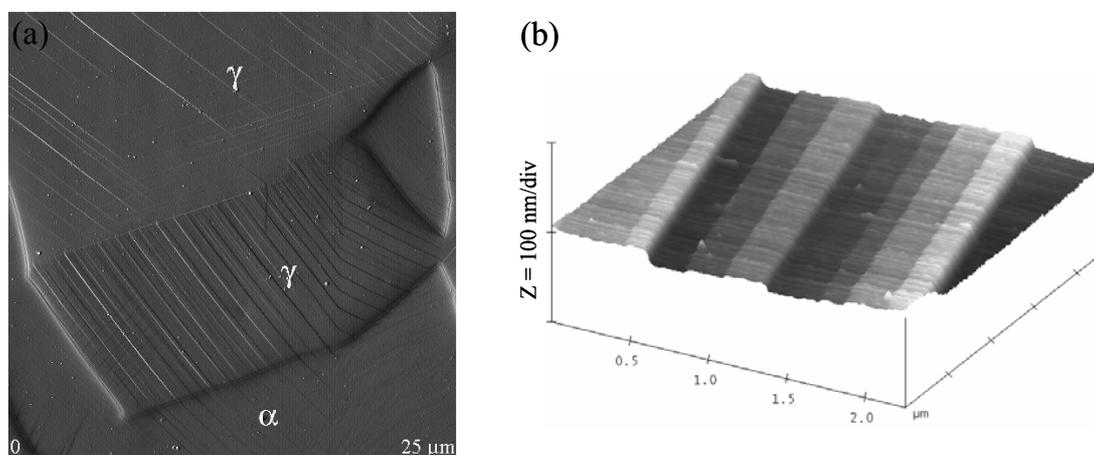


Figure II.12. Caractéristiques, disposition (a) et profil (b) typiques des lignes de glissement dans la phase austénitique de l'acier UR52N+.

Une augmentation de la rugosité en surface des grains austénitiques avec la déformation macroscopique est constatée notamment par l'accroissement du nombre des lignes de glissement, par la diminution de l'espacement entre lignes et ainsi que par une augmentation dans leur hauteur moyenne.

Le relief créé dans les *grains ferritiques* est plus varié. Quelle que soit la déformation plastique étudiée, deux types de lignes de glissement ont été observés en surface de la phase α. Le premier type, nommé *F* et trouvé principalement à l'intérieur des grains, correspond à des lignes irrégulières assez sinueuses, à la différence de celles observées dans la phase austénitique, figure II.13. Ces lignes correspondent à une déformation plastique propre à la ferrite et elles ont été observées à tous les niveaux de déformation analysés. En effet, la morphologie des lignes type *F* peut s'expliquer par le fait que les dislocations changent de

plan très souvent (pour éviter les obstacles au glissement et en fonction de l'état de contraintes locales), grâce au nombre très élevé de systèmes de glissement de la ferrite: $\{110\}\langle -111 \rangle$; $\{211\}\langle -111 \rangle$ et $\{321\}\langle -111 \rangle$ (48 dans les matériaux de structure CC).

A cause de leur géométrie, la mesure de l'angle des marches de type *F* avec l'axe de chargement n'est pas précise. Par conséquent, l'identification des systèmes de glissement a été très complexe et il n'a pas été possible d'établir de relation entre l'activité en surface de la phase α et l'orientation cristallographique des grains analysés.

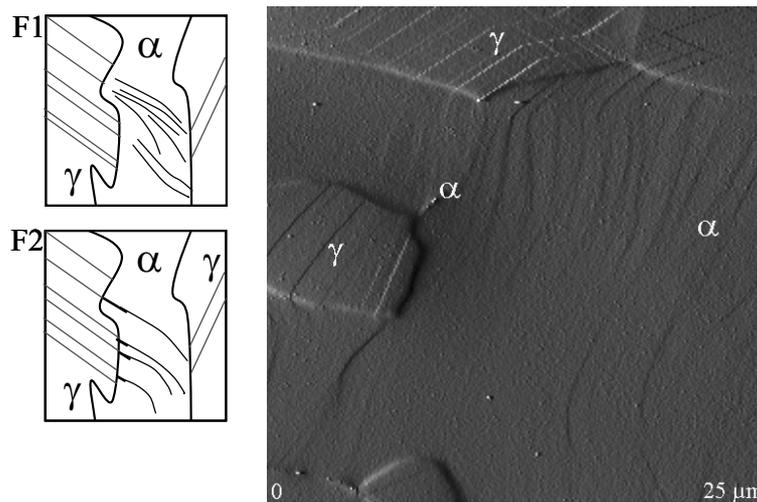


Figure II.13. Lignes de glissement de type « F » en surface des grains ferritiques de l'acier UR52N+.

Le deuxième type de marches observées en surface de grains ferritiques (noté *A*) correspond à des lignes de glissement rectilignes et de morphologie similaire à celles observées en surface de la phase γ (marches d'escalier), figure II.14. Ces lignes de glissement semblent être la prolongation des marches des grains adjacents d'austénite après un faible changement de direction. L'observation des marches de type *A* suggère qu'une partie de la déformation plastique accommodée dans la phase α est en étroite relation avec l'activité des grains austénitiques voisins. En fonction du cas observé, ces marches peuvent s'arrêter rapidement au voisinage de la phase γ concernée (*A1*) ou traverser complètement la phase ferritique jusqu'à rejoindre un autre îlot austénitique (*A2*).

Finalement, il a été observé que la densité et la hauteur (*SBH*) des deux types de lignes de glissement observées en surface des grains ferritiques augmentent avec l'accroissement de la

déformation plastique. La hauteur des lignes de glissement mesurée dans la phase α est assez faible, les plus grandes atteignant 10nm au maximum.

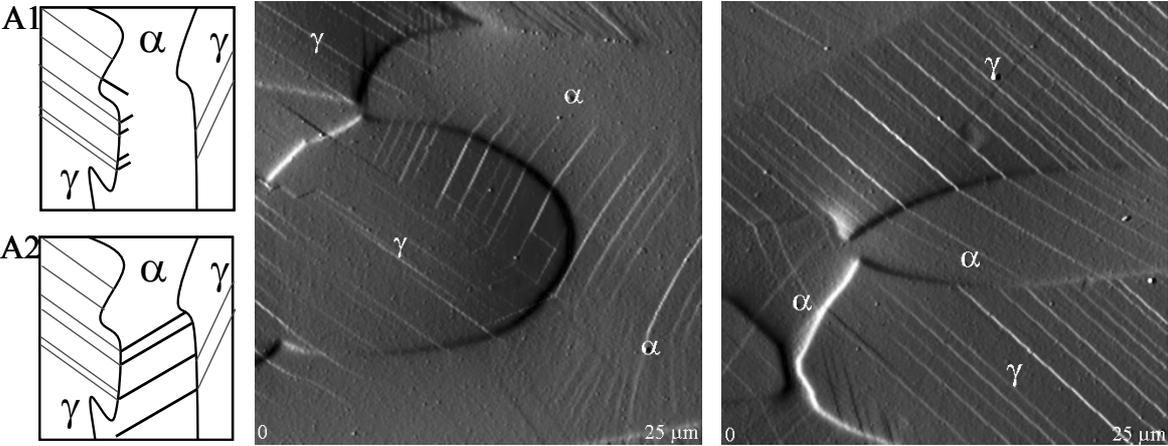


Figure II.14. Lignes de glissement de type « A » en surface des grains ferritiques de l’acier UR52N+ ($\epsilon_p=1,8\%$).

II.2.2.2. Distribution des bandes de glissement

Afin d’avoir une information plus représentative de l’activité surfacique dans l’ensemble du matériau, une analyse semi-quantitative, en terme de nombre et de type de bandes de glissement pour chaque niveau de déformation, a été réalisée par AFM sur une surface de $140\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$. La haute résolution de cette technique évite la sous-estimation de l’activité en surface souvent commise par les techniques conventionnelles de microscopie (MO et MEB), surtout à faible déformation et notamment dans la phase α des aciers inoxydables duplex.

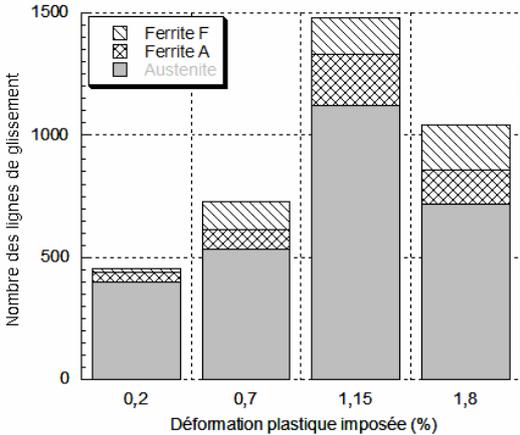


Figure II.15. Nombre de lignes de glissement selon la déformation plastique macroscopique imposée pour l’acier duplex UR52N+.

Comme le montre la figure II.15, de manière systématique pour tous les niveaux de déformation, le nombre de lignes de glissement est beaucoup plus important dans l'austénite que dans la ferrite, ceci même en comptabilisant les deux types de marches trouvés en surface de la phase α (près de trois fois plus élevé dans la phase γ).

Concernant la phase austénitique, le nombre de lignes de glissement augmente avec l'accroissement de la déformation plastique jusqu'à $\epsilon_p=1,15\%$, puis une diminution appréciable est constatée pour la déformation la plus élevée ($\epsilon_p=1,8\%$). Cette évolution peut être expliquée grâce à l'étude de l'évolution du profil des bandes de glissement, obtenue par AFM. La figure II.16 montre les profils des bandes de glissement développées en surface des grains d'austénite à $\epsilon_p=0,2\%$ et à $\epsilon_p=1,15\%$, qui permettent de définir la géométrie des lignes de glissement par la mesure des paramètres SBH et SBS expliquée précédemment. Au plus bas niveau de déformation plastique étudié, le profil des bandes montre une morphologie simple de « marches d'escalier » (figure II.16.a) qui évolue à des niveaux de déformation plus importants ($\epsilon_p=1,15\%$) vers une morphologie « d'escalier composé » (figure II.16.b). Cette évolution est due à la sortie en surface de nouvelles lignes de glissement de hauteur plus faible entre les premières lignes formées, qui en même temps continuent à croître. Le profil à $\epsilon_p=1,15\%$ explique donc l'incrément des marches de glissement dans la phase austénitique et permet de différencier deux types de marches selon leur hauteur (S_{LG} et L_{LG} sur la figure II.16.b).

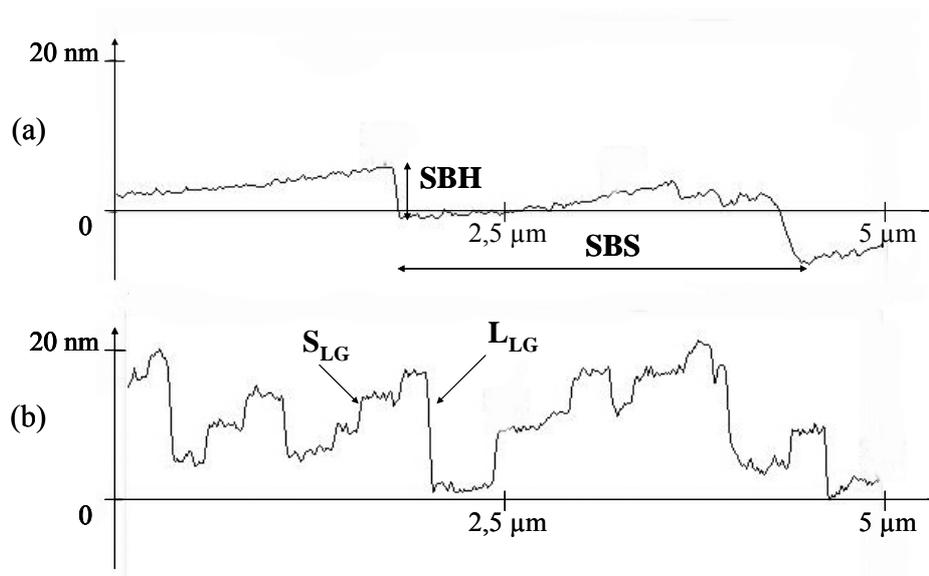


Figure II.16. Profil des lignes de glissement développées en surface d'un grain austénitique à $\epsilon_p=0,2\%$ (a) et à $\epsilon_p=1,15\%$ (b).

Le tableau II.5 montre l'évolution de la moyenne de la hauteur des lignes de glissement (SBH) et de l'espacement entre les lignes (SBS) selon la déformation plastique mesurée. Les valeurs sont des moyennes pour des mesures effectuées dans différents grains austénitiques. A la différence du relief observé à $\varepsilon_p=1,15\%$, un seul type de hauteur est fréquemment mesuré au plus haut niveau de déformation étudié ($\varepsilon_p=1,8\%$). Cette nouvelle évolution dans le profil des marches peut être expliquée par la coalescence des lignes de glissement de hauteur faible (S_{SB}) avec les grandes marches, ce qui justifie, à $\varepsilon_p=1,8\%$, l'existence de lignes de glissement de hauteur plus importante (L_{SB}) mais moins nombreuse.

Déformation plastique macroscopique	0,2 %	1,15 %		1,8 %
		S_{SB}	L_{SB}	
Hauteur des lignes de glissement SBH (nm)	11	5	16	17
Espacement entre lignes SBS (μm)	2,5	0,25	1	1,5

Tableau II.5. Evolution des caractéristiques des bandes de glissement selon les niveaux de déformation plastique imposés.

Dans le cas de la phase ferritique, chaque type de ligne de glissement (A ou F) a été traité séparément. Le nombre de lignes de glissement de type F montre une augmentation à peu près linéaire avec la déformation plastique imposée tandis que le nombre de lignes de type A suit une évolution similaire à celle observée pour les lignes de glissement dans la phase γ (figure II.17). La diminution abrupte du nombre de marches de type A observée de $\varepsilon_p=1,15\%$ à $\varepsilon_p=1,8\%$, peut être attribuée à une évolution des lignes de glissement de type $A1$ vers le type $F2$, comme le montre le schéma de la figure II.17. En effet, avec l'augmentation du niveau de déformation plastique, l'activité propre à la phase ferritique devient plus importante, ce qui est observé par l'augmentation du nombre de lignes de glissement F , certaines créées à partir du transfert de la rugosité provenant de la phase austénitique (lignes de type $A1$).

Ces résultats sont en accord avec la caractérisation qualitative de la surface (section II.2.3.1) où différentes morphologies ont été observées et renforcent l'hypothèse de l'étroite relation entre ce type de marche (A) et l'activité des grains voisins d'austénite. Plusieurs auteurs supposent que l'activité plastique dans les DSS peut être affectée considérablement par les relations cristallographiques existant entre les deux phases de l'acier [Bugat 2001; Taisne

2006; Alvarez-Armas 2007]. Ainsi, deux cristaux voisins de structure CC et CFC peuvent être considérés comme plastiquement compatibles, si la relation Kurdjumov-Sachs : $\{110\}_{cc} // \{111\}_{cfc}$ et $\langle 1-11 \rangle_{cc} // \langle 0-11 \rangle_{cfc}$ existe entre les deux grains concernés (relation souvent observée en systèmes biphasés cc/cfc). Si cette relation est remplie, les systèmes de glissement primaires des deux phases sont parallèles et sous sollicitation mécanique une continuité de l'activité plastique (en termes de glissement des dislocations) peut avoir lieu de la phase la plus déformable (dans ce cas, l'austénite) vers la phase la plus dure (la ferrite).

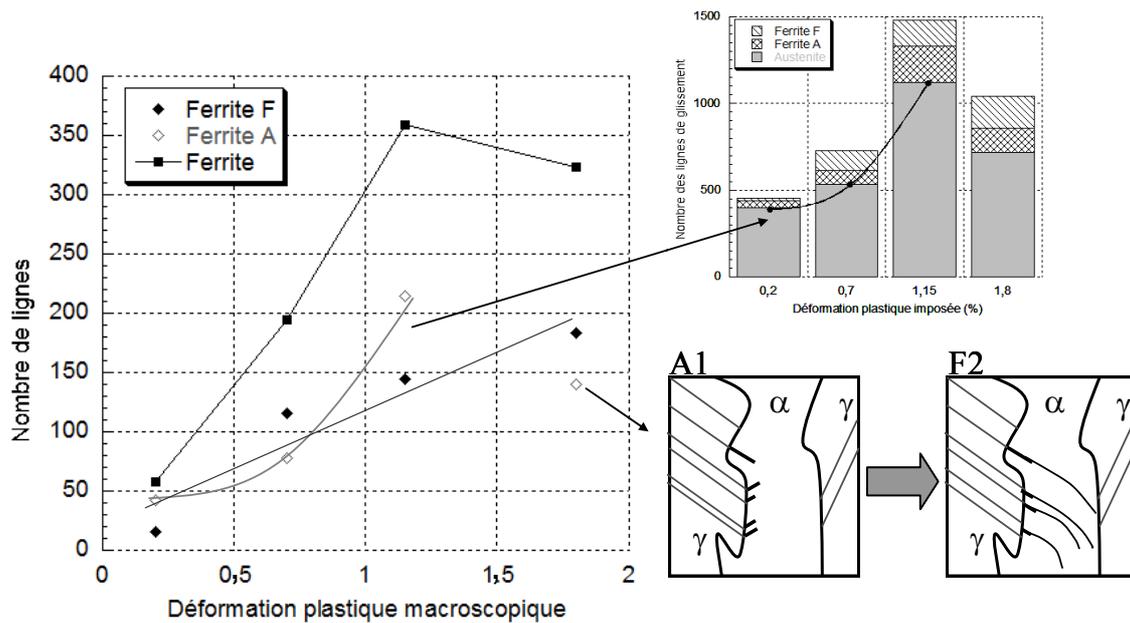


Figure II.17. Evolution avec la déformation plastique du nombre des lignes de glissement suivant leur morphologie.

Grâce aux orientations cristallographiques (angles d'Euler) obtenues par EBSD, la relation K-S a été vérifiée pour plusieurs paires de grains ferrite–austénite. Systématiquement, le type de bandes de glissement de type A se trouve dans un grain α qui remplit la relation K-S avec un des grains austénitiques voisins. Ce résultat confirme qu'une fraction de l'accommodation de la déformation dans la ferrite est induite par l'activité plastique de la phase austénitique et, que dans le cas de la sollicitation monotone, elle est identifiée en surface par les lignes de glissement de type A.

II.2.3. Conclusions

Avec l'étude de l'évolution en surface, l'AFM permet de mettre en évidence que les deux phases contribuent de manière interactive à la déformation plastique d'un acier duplex sollicité en traction monotone. Cependant, la distribution des lignes de glissement et la hauteur de ces lignes, elle-même directement liée à la sortie des dislocations en surface et par conséquent à l'activité de la déformation plastique, sont beaucoup plus importantes dans la phase γ quel que soit le niveau de déformation analysé. Cette différence constatée en surface entre les deux phases de l'acier UR52N+ indique que malgré une dureté similaire dans les deux phases, l'accommodation de la déformation plastique par la phase austénitique est considérablement plus importante que celle par la phase ferritique.

En sollicitation monotone, le relief caractéristique créé en surface des grains austénitiques est constitué de lignes de glissement rectilignes qui évoluent d'un profil simple (marches individuelles) vers un profil d'escalier provoqué par l'augmentation de la déformation plastique imposée. Deux morphologies différentes de lignes de glissement (A et F), qui évoluent de manière différente avec la déformation macroscopique, ont été observées en surface des grains ferritiques.

Une fraction de l'accommodation de la déformation dans la ferrite est induite par l'activité plastique de la phase austénitique. La combinaison des analyses par AFM et par la technique EBSD semble être une méthode efficace pour analyser les interactions entre la phase γ et la phase α , en termes d'activité en surface et de compatibilité cristallographique.

Troisième chapitre

Contribution des phases de l'acier B0A911 à l'accommodation de la plasticité cyclique à faible amplitude de déformation

III.1. Introduction	95
III.2. Comportement en fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation de l'acier B0A911	96
III.2.1. Méthodologie	96
III.2.2. Résultats expérimentaux	99
III.3. Etude du relief en surface	103
III.3.1. Méthodologie d'analyse en surface par AFM	103
III.3.2. Résultats expérimentaux	106
III.4. Modèle d'estimation de la déformation plastique irréversible en surface après sollicitation cyclique	121
III.4.1. Définition de l'indicateur γ^{irrev} pour l'estimation de la déformation plastique irréversible en surface	121
III.4.2. Estimation de la déformation plastique irréversible en surface	124
III.5. Discussion	130
III.6. Conclusions du chapitre III	133

III.1. Introduction

Comme présenté dans les chapitres précédents, le comportement en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables duplex et l'accommodation de la plasticité cyclique par chacune des deux phases, austénite et ferrite, dépendent fortement du niveau de déformation imposé. A faible amplitude de déformation, le matériau présente un régime dit « austénitique ». A cœur, des structures de dislocations, témoins de l'activité de la déformation plastique, sont exclusivement observées dans l'austénite, et de façon cohérente, la formation d'extrusions et l'amorçage des fissures en surface sont restreints à cette phase. Ces résultats suggèrent que la réponse macroscopique de l'acier duplex à faible amplitude de déformation, en terme d'accommodation de la plasticité cyclique, dépend exclusivement de l'austénite. Par conséquent, la phase ferritique resterait passive pendant une partie considérable de la durée de vie en fatigue et sa seule contribution aurait lieu pendant la propagation des fissures.

Cependant, les techniques utilisées pour l'étude de la plasticité cyclique des aciers inoxydables duplex restent qualitatives et locales dans le cas de l'analyse des structures de dislocations par microscopie électronique à transmission. De plus, la microscopie électronique à balayage conventionnelle restreint l'étude à la distribution des changements en surface.

L'objectif de ce chapitre est donc de mieux préciser, et de manière quantitative, le rôle de la phase austénitique de l'acier B0A911 à faible amplitude de déformation cyclique. La microscopie à force atomique sera utilisée afin de réaliser une analyse qualitative et une analyse quantitative du relief créé en surface dans une zone représentative de l'ensemble de l'éprouvette.

III.2. Comportement en fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation de l'acier BöA911

III.2.1. Méthodologie

III.2.1.1. Traitements thermiques préliminaires

Deux lots d'éprouvettes, différant par leur traitement thermique, ont été testés. Les éprouvettes hypertrempées, nommées HT, n'ont subi que le traitement d'hypertrempe effectué sur la barre à l'état de livraison (mise en solution à 1070°C pendant 20 minutes et refroidissement à l'eau). Pour le second lot, nommé V200, un traitement thermique de vieillissement à 475°C pendant 200 heures avec un refroidissement au four a été effectué après l'hypertrempe. Le vieillissement à 475°C affecte uniquement la phase ferritique de l'acier duplex, qui devient beaucoup plus dure et fragile à cause du phénomène de décomposition spinodale (sections I.1.5 et I.3.2.3).

Le choix de 200 heures pour la durée de vieillissement pour la condition V200 est basé sur l'étude de l'évolution de la macro-dureté en fonction du temps de vieillissement menée au cours d'un travail antérieur [Massol 2001] sur un acier duplex similaire et montrant un plateau de dureté maximale à partir de cette valeur de temps. La figure III.1 montre un schéma de la microstructure, en précisant la micro-dureté des phases après le traitement thermique subi (HT et V200). Une différence marquée de dureté est observée dans la ferrite après le vieillissement tandis que les valeurs restent inchangées dans l'austénite. Cependant, les deux conditions ne présentent aucune différence microstructurale importante en terme de tailles de grain, de fractions volumiques et de disposition des phases.

Ces deux conditions de traitement thermique vont permettre de comparer l'activité des grains austénitiques noyés dans deux « matrices » de résistance mécanique différente. Cela permettra de valider ou non l'hypothèse que le comportement de l'acier duplex est exclusivement austénitique à faible amplitude de déformation, indépendamment des propriétés mécaniques de la matrice ferritique.

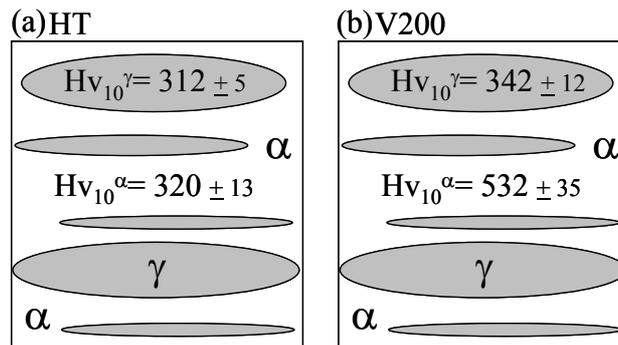


Figure III.1. Schéma de la disposition des phases et dureté pour l'état hypertrempé (a) et l'état vieilli (b).

III.2.1.2. Eprouvette et montage

Afin de réaliser l'analyse postérieure de la surface par microscopie à force atomique, des éprouvettes plates de fatigue oligocyclique ont été usinées suivant le plan donné en figure III.2. Les éprouvettes ont été extraites par électro-érosion dans le sens du laminage. De cette manière, les îlots austénitiques sont alignés sous l'axe de la zone utile et ils sont parallèles à l'axe de chargement. L'épaisseur des éprouvettes a été fixée à 3 mm afin d'éviter l'utilisation d'un raidisseur pendant les essais de fatigue et également, pour être en accord avec les dimensions d'échantillon admises par le modèle d'AFM utilisé pendant l'analyse de la surface après la sollicitation cyclique.

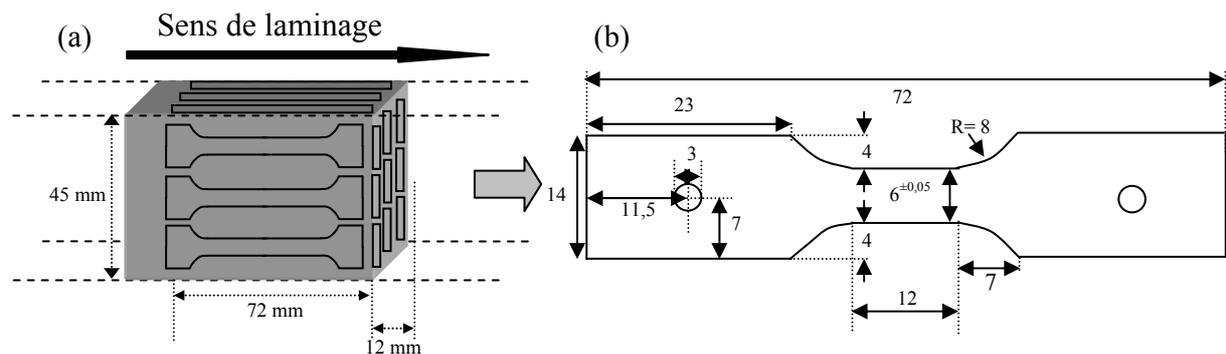


Figure III.2. Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue oligocyclique : prélèvement (a) et dimensions en mm (b).

Pour éliminer toutes les irrégularités et conférer aux éprouvettes un état en surface observable par AFM, la zone utile a été préparée en suivant la même procédure que celle utilisée pour les éprouvettes de traction, détaillée dans la section II.2.2.1.

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés avec une machine électro-mécanique Schenck-Trebel de capacité maximale 50kN, sous atmosphère ambiante et à la température du laboratoire. Avec un mode d'asservissement en déformation totale imposée, l'ensemble des essais a été conduit à vitesse de déformation totale maintenue constante à $4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Le signal de pilotage de la déformation est triangulaire symétrique ($R_\epsilon = -1$).

Comme le montre la figure III.3, un système de serrage a été conçu pour la réalisation des essais de fatigue avec des éprouvettes plates. Dans le système d'amarrage inférieur, l'éprouvette est fixée par compression à l'aide d'une plaque rainurée, vissée en quatre points à la base d'amarrage, elle-même vissée au vérin. Dans le système d'amarrage supérieur la plaque rainurée est vissée à une barre solidaire à la cellule de charge. L'alignement correct des éprouvettes est garanti grâce aux deux tiges de centrage (supérieure et inférieure) dans lesquelles l'éprouvette est placée avant d'être vissée.

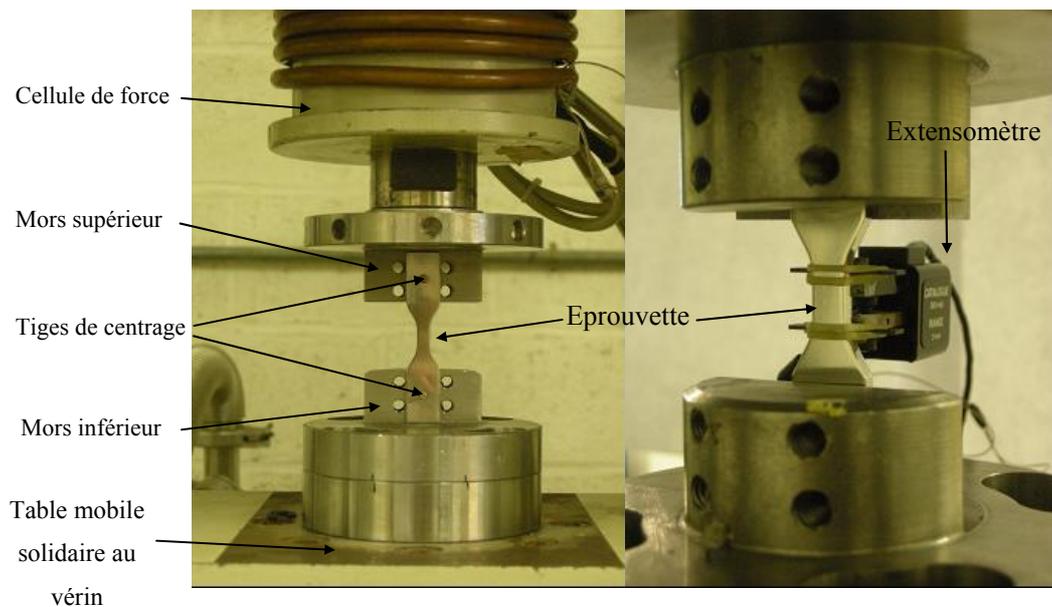


Figure III.3. Montage utilisé pour la réalisation des essais de fatigue oligocyclique.

La déformation imposée durant l'essai est mesurée grâce à un extensomètre à jauges MTS de longueur utile 10mm collé sur la zone utile de l'éprouvette. Des essais à rupture ont été réalisés, pour les conditions hypereffortée et vieillie, à variation de déformation totale $\Delta\epsilon_t = 0,5\%$. La fiabilité de ce montage a été vérifiée pour des valeurs de déformation totale ($\Delta\epsilon_t$) comprises entre 0,4% et 2%, avec un acier inoxydable duplex de deuxième génération (SAF-2205). Les résultats obtenus sont similaires à ceux présentés pour des nuances équivalentes dans les travaux précédents [Vogt 1994; Vogt 1999; Mateo 2001].

Après la sollicitation mécanique, une partie de la zone utile des éprouvettes a été extraite à l'aide d'une tronçonneuse de précision à disque de diamant afin d'analyser par AFM les changements de surface dus à la localisation de la déformation plastique de l'acier duplex. Une deuxième partie de la zone utile est utilisée pour la préparation de lames minces dont l'observation par MET doit permettre de vérifier la structure des dislocations développées dans les deux phases au cœur du matériau.

III.2.2. Résultats expérimentaux

III.2.2.1. Comportement cyclique

Le tableau III.1 rassemble les principaux résultats directement exploitables à partir des essais de fatigue réalisés sur l'échantillon hyper-trempé et vieilli. Les valeurs au premier quart de cycle donnent un aperçu des propriétés en traction monotone, et permettent de comparer les propriétés monotones aux propriétés cycliques. Les valeurs qui correspondent au cycle stabilisé ou mi-durée de vie sont considérées comme les données représentatives du comportement en fatigue pour les conditions d'essais données. L'endurance ou durée de vie en fatigue est définie par le nombre de cycles pour lequel la contrainte chute de 25% par rapport à l'amplitude de contrainte stabilisée (σ_a). Finalement, la déformation plastique cumulée jusqu'à rupture ($\epsilon_{\text{plast-cum}}$) a été déterminée en faisant la somme de la variation de la déformation plastique, extraite de la boucle d'hystérésis correspondant à chaque cycle (section I.2.B). Les figures III.4 et III.5 montrent respectivement l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (échelle logarithmique) et en fonction du pourcentage de durée de vie (échelle linéaire).

<i>T.T.</i>	<i>Valeur au 1/4 de cycle</i>			<i>Valeur au cycle stabilisé</i>				<i>Endurance</i>	
	E (GPa)	σ_{ao} (MPa)	ϵ_{pao} (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	N_{25} (cycles)	$\epsilon_{\text{plast-cum}}$ (%)
HT	190	424	0,011	410	0,501	0,044	0,457	51761	2288
V200	251	450	--	454	0,496	0,048	0,448	50800	2381

Tableau III.1. Résultats des essais de fatigue oligocyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ pour l'acier BÖA911 hypertrempé (HT) et vieilli 200h à 475°C (V200).

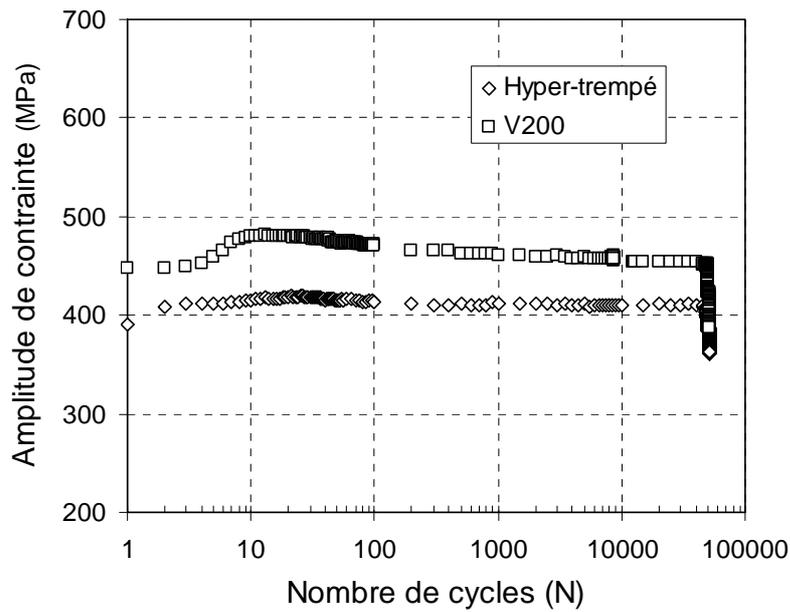


Figure III.4. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre des cycles pour l'acier B50A911 dans les états hypertrempé (HT) et vieilli (V200).

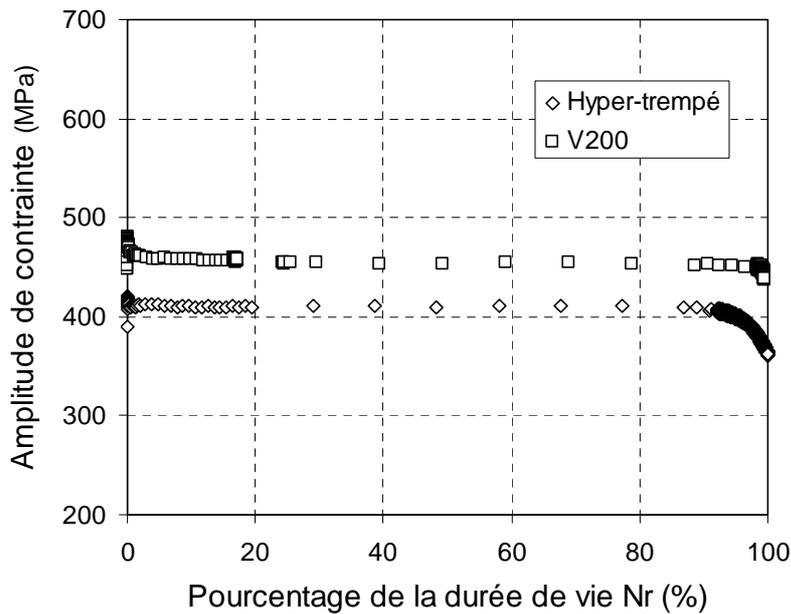


Figure III.5. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier B50A911 dans les états hypertrempé (HT) et vieilli (V200).

Comme attendu, pour la variation de déformation étudiée ($\Delta\varepsilon_f=0,5\%$), l'accommodation cyclique de l'acier B50A911 hypertrempé présente une phase de durcissement initial modéré et

de durée très limitée (<30 cycles), suivie d'une phase d'adoucissement atteignant la stabilisation de la contrainte ($\Delta\sigma_{\max}-\Delta\sigma_a=40\text{MPa}$) avant même 15% de Nr. Cette dernière phase durera presque 80% de la durée de vie du matériau jusqu'à la chute de la contrainte (section II.1.3). A l'exception d'une légère augmentation de la contrainte (45MPa) pendant toute la durée de l'essai et d'un durcissement-adoucissement légèrement plus marqué, le comportement du BøA911 à l'état vieilli reste similaire à celui observé pour l'acier hypertrempé. De plus, le nombre de cycles à rupture est similaire pour les deux états (hypertrempé et vieilli). Ces résultats sont en accord avec les résultats de la littérature [Llanes 1999; Vogt 2002], qui montrent que le comportement en fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation des aciers duplex, ayant subi un vieillissement à des températures avoisinant les 475°C, est similaire à celui du matériau hypertrempé en termes d'évolutions de la contrainte et de durée de vie. Ce comportement a été justifié par la prévalence du comportement cyclique «austénitique» dans cet intervalle de déformation, malgré les différences entre la matrice ferritique vieilliée et non vieilliée. Finalement, ce comportement analogue entre les états hypertrempé et vieilli est aussi observé en termes de déformation plastique cumulée jusqu'à rupture ($\epsilon_{\text{plast-cum}}$), similaire pour les deux conditions.

III.2.2.2. Structures de dislocations

Afin de compléter la caractérisation en fatigue à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ pour les deux états étudiés, une analyse des structures de dislocations développées au sein du matériau a été réalisée. Des lames minces ont été préparées par polissage électrolytique par la méthode de « double jets » à l'aide d'un amincisseur de marque *Tenupol*. La solution de polissage est constituée d'acide acétique (95%) et d'acide perchlorique (5%) maintenue à 13°C et la tension appliquée de 30 volts. Les observations ont été effectuées avec un microscope électronique à transmission Philips modèle CM30. Le but de cette analyse était d'obtenir des informations qualitatives sur la distribution des dislocations, et sur leur arrangement.

La figure III.6 montre que les deux conditions étudiées réagissent de manière identique à la sollicitation cyclique à faible amplitude de déformation. L'activité de la déformation plastique cyclique de la phase austénitique est mise en évidence par des arrangements planaires de dislocations, sous forme de bandes en quantité importante. En revanche, dans la phase ferritique, seules des boucles de dislocations très allongées, traduisant une faible mobilité et par suite une faible contribution à l'accommodation de la déformation plastique, ont été

observées quelle que soit la condition analysée (hypertrempé ou vieilli). L'aspect texturé de la surface des grains α , correspondant à l'apparence caractéristique de « peau d'orange » conséquence du phénomène de décomposition spinodale est constaté exclusivement dans l'état vieilli [Weng 2004]. Ces observations vont dans le sens de la réponse mécanique détaillée dans la section précédente et sont en complet accord avec divers auteurs [Vogt 1999; Mateo 2001] - liste non exhaustive - dans des nuances de composition chimique et fraction des phases similaires (0,24% d'azote et 50% α -50% γ), qui proposent que l'activité de la déformation plastique à faible amplitude de déformation est concentrée dans la phase austénitique. De plus, des structures identiques observées pour la condition hypertrempée et la condition vieilli sembleraient indiquer que le comportement de la phase austénitique dans l'acier BöA911 est indépendant de l'état de la matrice ferritique, renforçant l'hypothèse de la passivité complète de cette phase à faible amplitude.

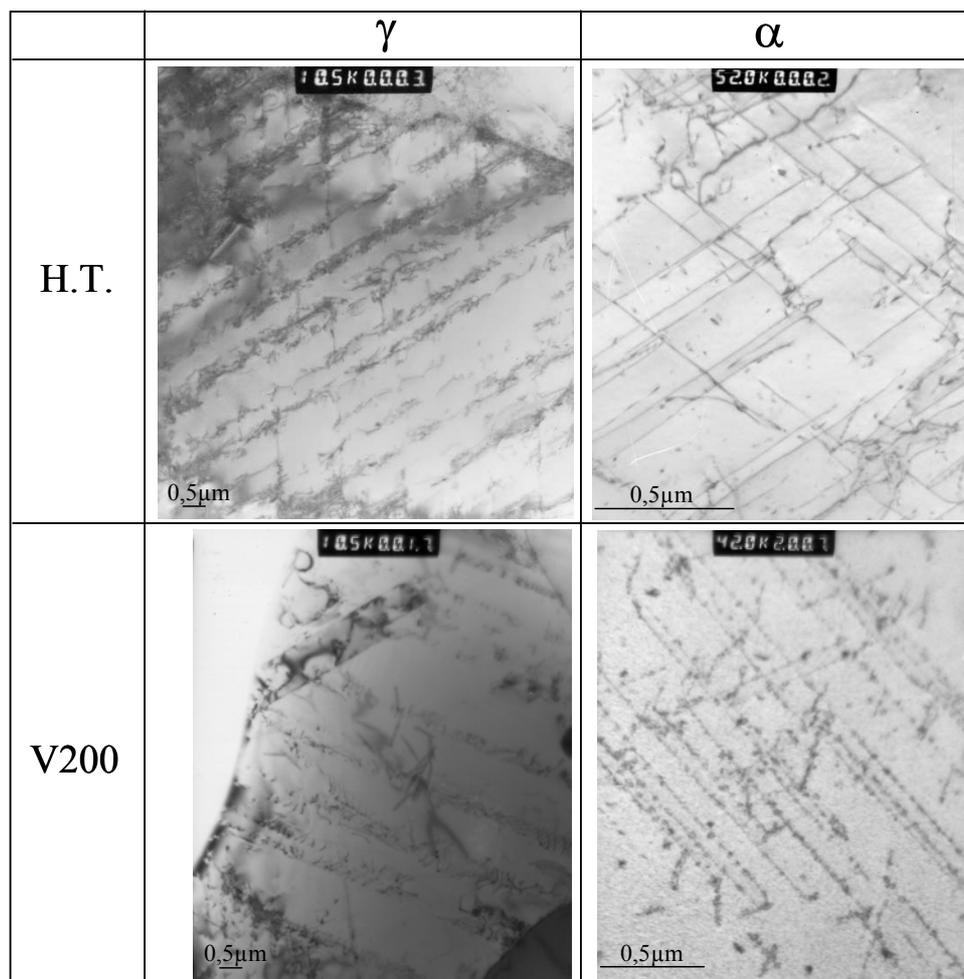


Figure III.6. Structures de dislocations observées dans l'acier duplex hypertrempé (H.T) et vieilli 200heures à 475°C (V200) après fatigue à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$) et jusqu'à rupture.

III.3. Etude du relief en surface

Cette section est principalement consacrée à l'analyse de la surface des grains austénitiques de l'acier B0A911 par la technique de microscopie à force atomique (AFM), après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_f=0,5\%$ et à rupture. Une première partie est dédiée à la caractérisation détaillée des extrusions, qui constituent la morphologie la plus importante créée en surface, conséquence de la sollicitation cyclique. Dans une seconde partie, une étude comparative et représentative de l'ensemble du matériau est réalisée entre l'activité surfacique de la phase γ du matériau hyperempé et celle de l'acier vieilli. Finalement, une analyse quantitative précise des morphologies en surface, témoins de la déformation plastique cyclique, des grains austénitiques de l'acier duplex B0A911 est présentée. L'étude a été réalisée sur les états hyperempé et vieilli et comprend la mesure des principales dimensions de toutes les marches dans une zone de $435\mu\text{m}\times 145\mu\text{m}$.

III.3.1. Méthodologie d'analyse en surface par AFM

Caractérisation et distribution du relief en surface

L'analyse de la plasticité en surface après sollicitation cyclique a été effectuée à l'aide d'un AFM Veeco Nanoscope III. Les caractéristiques de l'appareil ont été détaillées précédemment dans la section II.2.2.2 et l'intégralité de l'étude a été réalisée en mode contact, sous air et à la température de la pièce. Pour garantir également une caractérisation fidèle de la surface et éviter la perte de précision dans la mesure du relief, des pointes de carbure de silicium de caractéristiques similaires à celles utilisées pour l'étude en sollicitation monotone (section II.2) ont été utilisées et régulièrement remplacées. Les analyses ont été effectuées systématiquement en deux modes d'images différents, le mode « signal d'erreur » ou « dérivé » et le mode « hauteur », expliqués précédemment.

Dans un premier temps, plusieurs images AFM de résolutions latérales différentes (tailles comprises entre $5\mu\text{m}\times 5\mu\text{m}$ et $30\mu\text{m}\times 30\mu\text{m}$) prises dans certains grains austénitiques ont permis la caractérisation détaillée des extrusions créées à la surface de cette phase. La complexité de la structure biphasée de l'acier duplex, impose que la compréhension des

Les trois zones ont également été choisies de façon à ce que la distribution des phases et des morphologies des îlots d'austénite soit représentative de toute la zone utile de l'éprouvette. Chacune des zones étudiées par AFM a été analysée par EBSD avant la réalisation des essais de fatigue, ce qui a permis de caractériser les dimensions des grains, la distribution des phases et les caractéristiques cristallographiques de chacune de phases (identification des systèmes de glissement actifs, facteurs de Schmid, entre autres). L'équipement utilisé correspond à un système d'EBSD HKL couplé à un MEB modèle FEI Quanta 400. Les cartographies ont été faites avec un pas de $2\mu\text{m}$ et le taux d'indexation obtenu a toujours été supérieur à 80%.

Données quantitatives du relief en surface

Des images-AFM $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ ont été enregistrées afin d'analyser en détail chacun des grains austénitiques présentant des morphologies témoins de l'activité plastique cyclique. Les éprouvettes ont été placées de sorte que le sens de balayage de la pointe d'AFM soit parallèle à l'axe de sollicitation. Comme le montre le tableau III.2, en tenant compte de la totalité de la surface d'étude fixée précédemment ($435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$), cette nouvelle analyse a concerné un total de 129 et 164 grains austénitiques respectivement pour l'état hypertrempé et l'état vieilli.

Avec une taille d'image de $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ et un échantillonnage de 512 pixels, la résolution latérale théorique obtenue est égale à 58,59 nm. Cette résolution est considérablement meilleure que celle utilisée pour l'analyse qualitative et suffisante pour la mesure précise des caractéristiques de toutes les extrusions et les marches de types mixtes contenus dans les grains témoins d'activité cyclique. Comme le montre la figure III.8, cette configuration a permis la mesure de façon directe des dimensions des extrusions, notamment la largeur (a) et la hauteur perpendiculaire à la surface (δ). Afin de tenir compte des variations des dimensions de l'extrusion analysée sur toute sa longueur, la hauteur δ correspond à la moyenne des mesures obtenues sur cinq profils à différents endroits le long de l'extrusion. Dans le cas des marches de morphologie mixte, les mesures de δ et de a ont été faites en tenant compte uniquement de la partie de type extrusion.

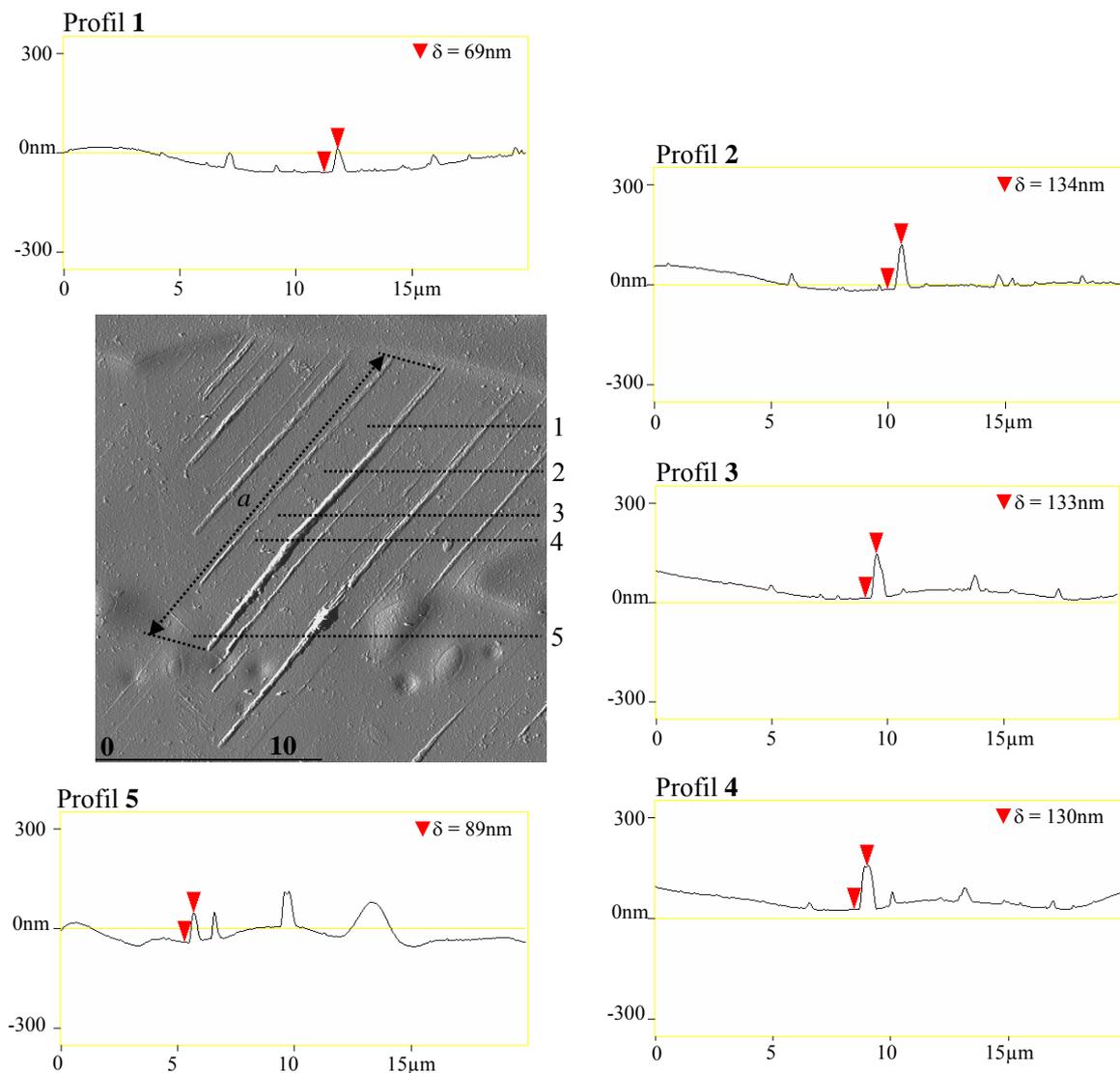


Figure III.8. Définition de la largeur (a) et de la hauteur des extrusions (δ) mesurées pour la caractérisation quantitative des morphologies témoins de l'activité plastique cyclique des grains austénitiques de l'acier B0A911.

III.3.2. Résultats expérimentaux

III.3.2.1. Caractérisation du relief en surface

L'analyse de la surface des éprouvettes fatiguées permet, par l'observation de la morphologie des extrusions–intrusions (principaux témoins en surface de la déformation plastique cyclique), d'étudier l'activité plastique dans chacune des deux phases durant le processus d'accommodation de la déformation de l'acier duplex pendant la sollicitation cyclique. Cette activité sera caractérisée au départ à l'échelle du grain. Un grain sera considéré comme

«actif» s'il présente des changements en surface par rapport à son état initial (avant sollicitation cyclique, poli électrolytiquement, avec une rugosité $R_a < 4\text{nm}$ et un dénivelé $\approx 200\text{nm}$).

La figure III.9 montre deux images AFM en mode erreur correspondant à la surface de l'acier BÖA911 après l'essai de fatigue à $\Delta\varepsilon_f = 0,5\%$ à l'état hyper trempé et à l'état vieilli. Pour les deux conditions, l'activité en surface formée principalement d'extrusions, est localisée essentiellement dans la phase austénitique. Pour toutes les images présentées dans cette partie, l'axe de chargement est horizontal.

Contrairement à l'activité observée dans les grains austénitiques, les grains ferritiques de l'acier vieilli ne présentent aucun changement en surface.

Pour l'acier hypertrempé, une fraction importante des grains ferritiques analysés (plus de 60%) reste intacte. Les grains montrant une évolution appréciable présentent principalement une morphologie de lignes de glissement similaire à celle observée en traction monotone, ce qui indique une très faible activité de la ferrite en terme d'accommodation de la déformation plastique cyclique de l'acier BÖA911.

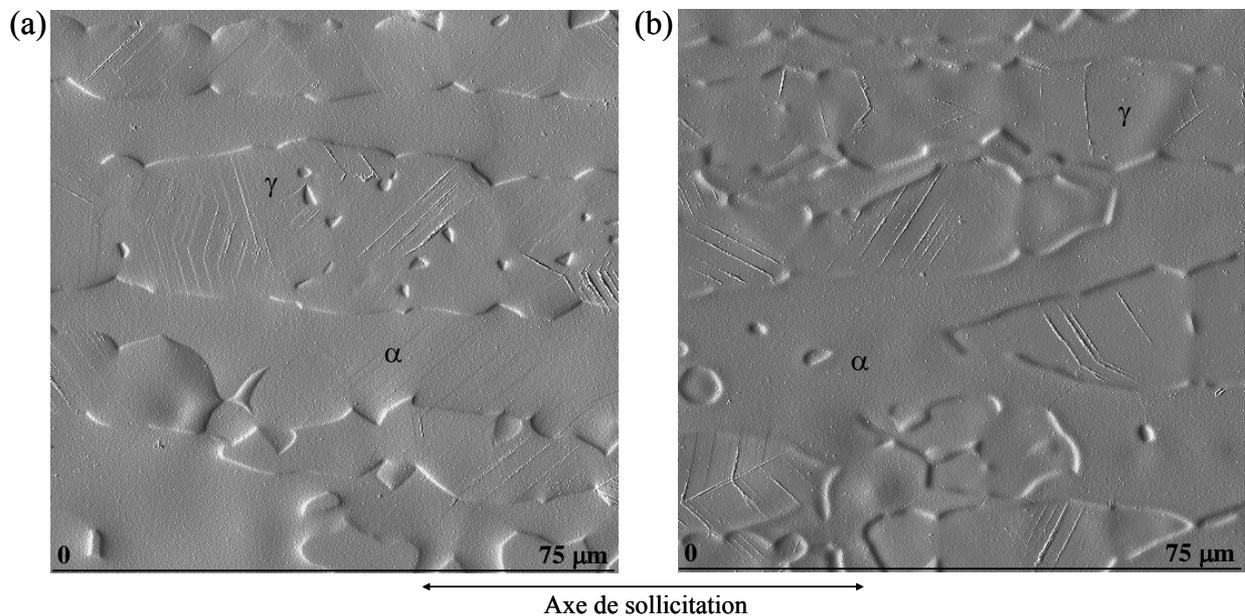


Figure III.9. Images en mode erreur de la surface de l'acier BÖA911 à l'état hyper trempé (a) et à l'état vieilli (b), après fatigue à $\Delta\varepsilon_f = 0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture.

Comme le montre la figure III.10, la surface des grains austénitiques actifs est constituée essentiellement d'extrusions rectilignes et parallèles qui traversent fréquemment la totalité du grain. Ces extrusions sont réparties de manière homogène, souvent séparées par des portions de surface non déformées de largeur sensiblement constante pour un même grain.

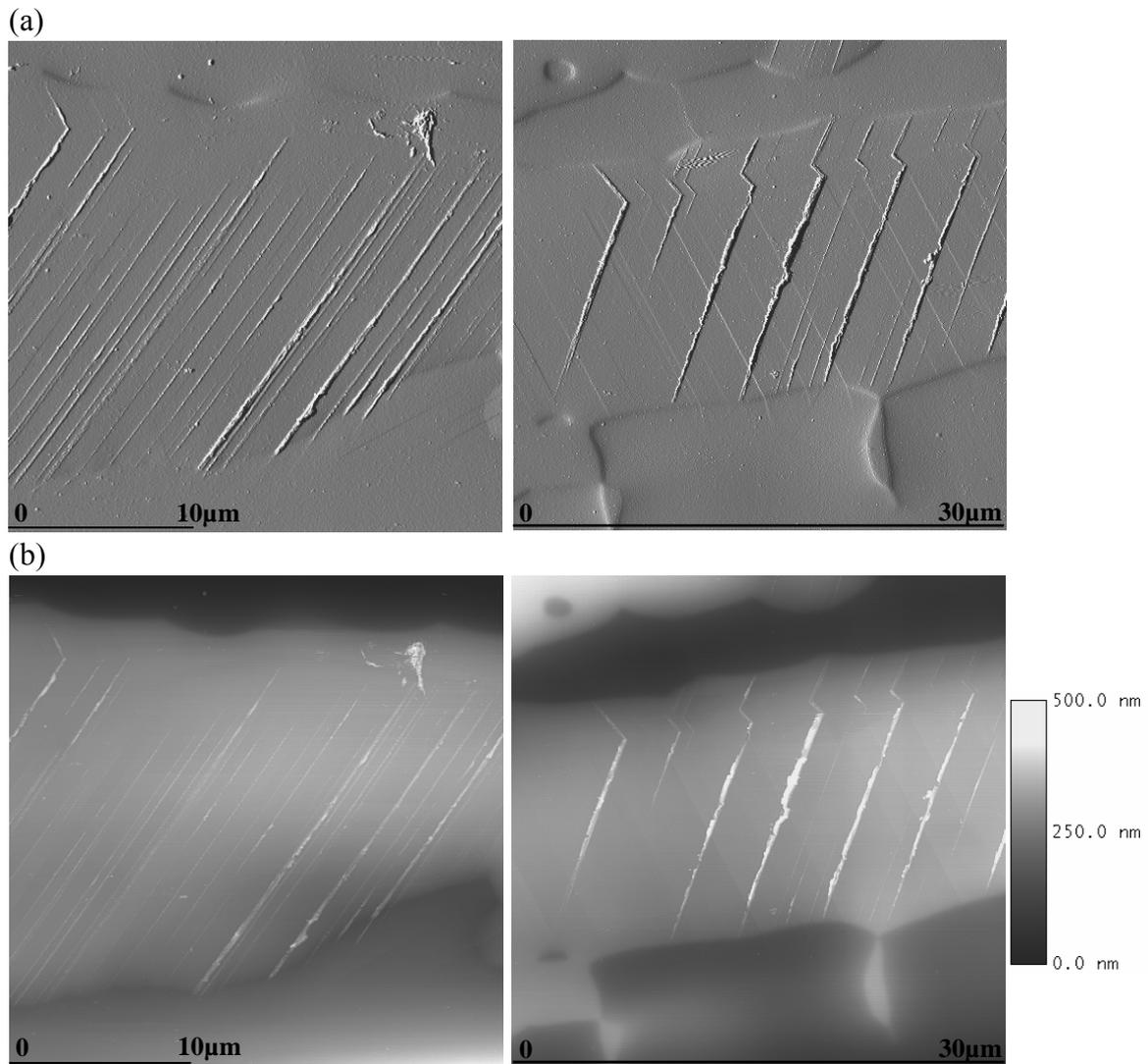


Figure III.10. Images AFM en mode dérivé (a) et en mode hauteur (b) du relief en surface des grains austénitiques de l'acier B6A911 hypertrempé après l'essai de fatigue à $\Delta\epsilon_f=0,5\%$ (N_f).

En plus des extrusions, deux autres morphologies sont observées dans les grains actifs d'austénite: des lignes de glissement similaires à celles observées en traction monotone et une morphologie « mixte » que présente des changement des caractéristiques du profil tout au long de la même marche (profil de escalier combiné avec un profil type extrusion de hauteur

plus importantes dans certains endroits). Cette morphologie semble indiquer l'émergence des extrusions à partir des lignes de glissement déjà existantes.

Le glissement simple est prédominant pour la déformation totale imposée $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$, et moins de 20% des grains austénitiques actifs, présentent des traces en surface correspondant à l'activation d'un deuxième système de glissement, lui-même constitué essentiellement de lignes de glissement traversant fréquemment la totalité du grain dans la direction concernée.

Pour les deux conditions considérées dans cette étude, l'orientation cristallographique semble avoir une influence importante sur l'activité et la formation du relief en surface des grains austénitiques. A l'aide des mesures EBSD réalisées avant les essais de fatigue, les angles d'Euler de chaque grain de surface et l'angle des traces du relief en surface par rapport à l'axe de chargement ont été utilisés pour déterminer la nature des systèmes de glissement activés et leurs indices de Schmid, en tenant compte des 12 systèmes de glissement préférentiels de la structure CFC. En accord avec les travaux réalisés sur un acier inoxydable duplex vieilli à 475°C possédant des caractéristiques similaires à celles de l'acier BÖA911 [Girones 2004], à chaque trace observée en surface, correspond toujours un système (plan et direction) ayant le facteur de Schmid le plus élevé. Systématiquement, tous les grains actifs qui présentent des extrusions bien définies sont liés à un système de glissement avec un indice de Schmid (μ) supérieur à 0,4. Seul un nombre très restreint de grains avec $\mu < 0,35$ sont considérés comme « actifs » et présentent uniquement des lignes de glissement ou marches de morphologie mixte peu développées.

La figure III.11 montre des exemples de profils typiques des extrusions observées en surface des grains austénitiques. La caractérisation du relief en surface de l'acier BÖA911 après les essais de fatigue rupture à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$, reste similaire pour les deux traitements thermiques étudiés, hypertrempé et vieilli. Le relief dans la phase γ est constitué d'extrusions de type ruban (*ribbon-like extrusions*), de section transversale approximativement triangulaire. Pour les conditions de sollicitation cyclique étudiées, la hauteur des extrusions varie principalement entre 10nm et 60nm, néanmoins certaines extrusions peuvent atteindre plus de 120nm. Tout au long de l'extrusion, la hauteur et le profil varient peu, mais ils peuvent varier d'une extrusion à l'autre à l'intérieur du même grain (figure III.11). Pour une même extrusion, des différences de hauteur peuvent être observées au voisinage du joint de grain, à l'exception des joints de macles, où l'extrusion se poursuit simplement dans une direction différente.

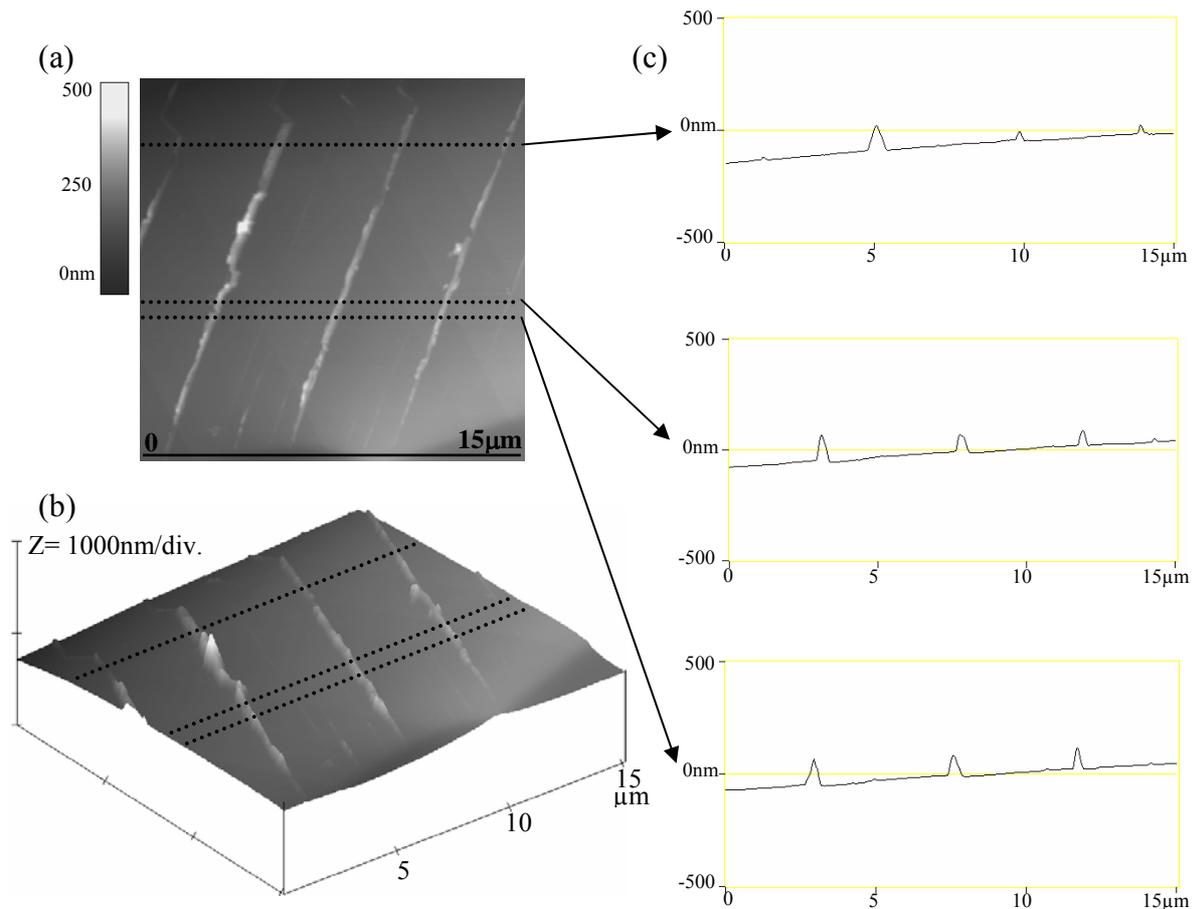


Figure III.11. Relief en surface des grains austénitiques après fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r). Image AFM en mode hauteur (a), représentation en 3D (b) et profils (c) des extrusions.

Des intrusions alignées aux pieds des extrusions et suivant la même direction, ont rarement été observées pour le niveau de déformation étudié. Cependant, à cause des limitations géométriques des pointes d'AFM, l'observation directe de la surface métallique n'est pas la procédure la plus indiquée pour la caractérisation des intrusions et pour la réalisation de mesures précises d'épaisseur de certaines morphologies [Villechaise 2002; Polak 2003], c'est pourquoi ces données seront seulement utilisées à titre indicatif.

La figure III.12 montre le détail des caractéristiques des extrusions créées en surface des grains austénitiques de l'acier B0A911 sollicité en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ jusqu'à rupture. Les extrusions d'épaisseur faible gardent un profil triangulaire (profil 1 de la figure III.12). Une quantité importante des extrusions, d'épaisseur plus importante, et plus développées, présentent une rugosité considérable dans leur partie supérieure, comme observé sur le profil

2 de la figure III.12. De plus elles ont un aspect irrégulier ce qui est observable en mode erreur (figure III.12.a). Ces observations sont en accord avec les travaux réalisés par Man et al sur l'acier austénitique monophasé 316L sollicité en fatigue [Man 2002], ainsi qu'avec les modèles de formation du relief en surface (sections I.2.5), qui proposent la formation d'un relief irrégulier au sommet des extrusions, conséquence de la sollicitation cyclique.

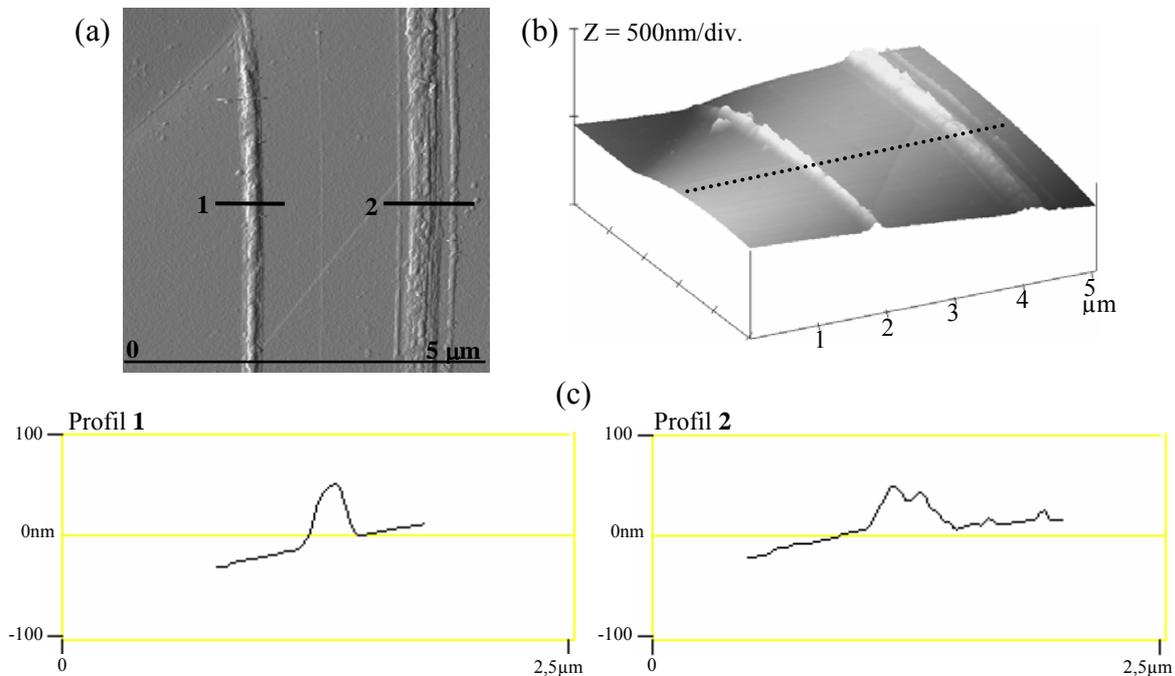


Figure III.12. Détails du relief en surface créé dans les grains austénitiques de l'acier B0A911 sollicité en fatigue à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture. Image AFM en mode erreur (a), représentation en 3D (b) et profils des extrusions(c).

Heino et al ont caractérisé par MEB-FEG les extrusions en surface dans un acier super-austénitique à 0,5% d'azote après sollicitation cyclique [Heino 2001]. Ils ont trouvé des importantes similitudes entre ces extrusions et les arrangements planaires de dislocations développés au cœur du matériau. Ces résultats montrent que pour le matériau étudié et suite à la sollicitation cyclique, il existe une relation entre la nature des arrangements de dislocations représentatifs de l'accommodation de la déformation cyclique et le relief produit en surface.

La phase austénitique du B0A911 présente des indicateurs de plasticité similaires à ceux décrits pour l'acier super-austénitique. Premièrement, la formation d'arrangements planaires de dislocations dans cette phase au cœur du matériau (section III.2.2.2), typique des aciers à l'azote de faible énergie de défaut d'empilement est similaire. Deuxièmement, les extrusions

en surface présentent des caractéristiques très similaires aux extrusions observées par Heino et al. Ce comportement, analogue à celui de l'acier super-austénitique, indiquerait qu'en terme de caractéristiques des extrusions générées en surface après sollicitation cyclique à faible amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_f=0,5\%$), la phase austénitique de l'acier B6A911 ne semble pas être influencée par la matrice ferritique, quel que soit l'état de cette phase, vieilli ou hyper-trempé.

III.3.2.2. Distribution du relief en surface

Les caractéristiques de la surface des grains actifs austénitiques de l'acier duplex B6A911 hypertrempé et vieilli, notamment les extrusions détaillées précédemment, seront comparées grâce à une analyse de la distribution de ce relief. Cela permettra de compléter une étude de caractérisation et de répartition (qualitative) sur l'éventuelle influence de l'état de déformabilité de la ferrite sur l'activité plastique de la phase γ .

Comme cela a été présenté précédemment, une surface de $435\mu\text{m}\times 145\mu\text{m}$ a été étudiée pour chaque état, ce qui a conduit à l'analyse de 355 grains austénitiques pour l'acier à l'état hyper-trempé et de 474 grains à l'état vieilli. La différence des nombres de grains analysés entre les deux états peut être expliquée par la disposition des phases dans chacune des deux éprouvettes et ce malgré une fraction volumique des phases identique pour l'ensemble de l'alliage, mais aussi par la taille des grains austénitiques légèrement inférieure dans les zones analysées pour le matériau vieilli.

Activité des grains austénitiques

Afin de réaliser une étude à l'échelle mésoscopique après sollicitation cyclique ($\Delta\varepsilon_f=0,5\%$), un classement des grains austénitiques selon qu'ils sont actifs ou non actifs a été effectué pour comparer de façon directe la présence ou non de marches en surface en fonction du traitement thermique appliqué. La figure III.13 montre l'activité en surface des grains austénitiques de l'acier B6A911 à l'état hypertrempé et à l'état vieilli après rupture. Bien que le nombre de grains actifs soit supérieur pour la condition vieilli (nombre plus important de grains analysés), la distribution en pourcentage des grains austénitiques actifs et non actifs est la même, quel que soit l'état de la phase ferritique. En conséquence, le vieillissement n'a aucune influence sur l'activation des grains austénitiques. Comme cela a été souligné par différents auteurs, le fait qu'un grain austénitique de l'acier duplex devienne « actif » dépend

essentiellement des caractéristiques intrinsèques de cette phase, telle que l'orientation des grains par rapport à la configuration de sollicitation [Villechaise 2002], et de facteurs externes au matériau comme le niveau de contrainte imposée [Vogt 1999; Mateo 2001].

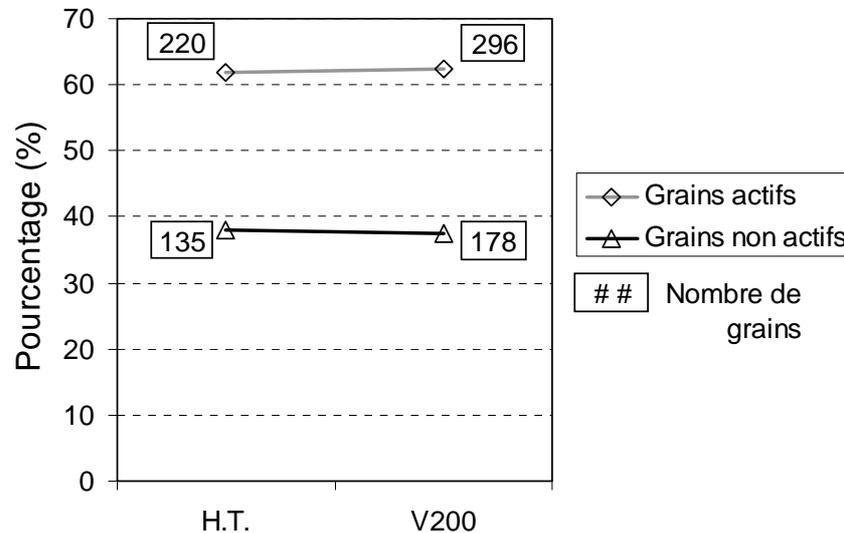


Figure III.13. Pourcentage de grains austénitiques activés en surface de l'acier BôA911 hypertrempé (H.T.) et vieilli 200 heures à 475°C (V200) après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a\approx 0,044\%$ (N_f).

Morphologies des marches en surface

La figure III.14 montre la distribution des trois différentes morphologies observées en surface des grains austénitiques. Le pourcentage de grains présentant des lignes de glissement est similaire pour les deux conditions de traitement thermique. L'évolution de cette morphologie pendant la sollicitation cyclique, a été l'un des sujets d'étude de Nakai et al [Nakai 2000]. Ils ont constaté que ces marches possèdent un caractère réversible en fonction de l'état de contrainte (traction où compression), attribué à la déformation monotone subie par le matériau dans les tout premiers cycles. Ces observations permettent donc d'affirmer qu'au niveau de déformation étudié, seules les extrusions et les marches de type mixte sont témoin de l'activité plastique ***cyclique irréversible*** observée en surface des grains austénitiques. A partir de ce résultat, on constate de nouveau une réponse analogue pour les deux conditions, maintenant en terme des morphologies en surface des grains austénitiques actifs.

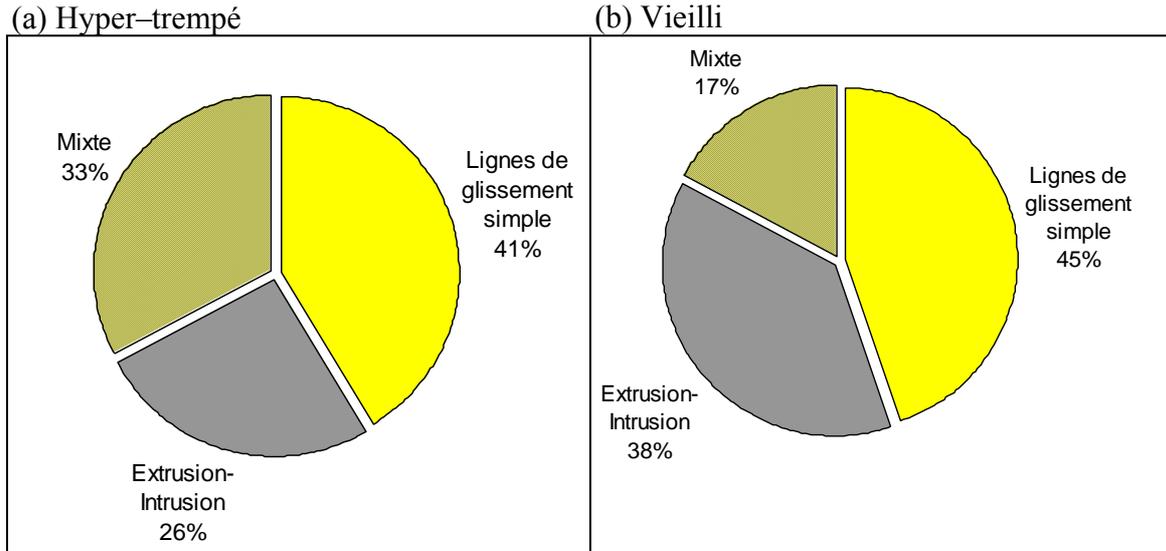


Figure III.14. Répartition des morphologies du relief en surface des grains actifs d'austénite de l'acier B0A911, à l'état hyper-trempé (H.T) et à l'état vieilli pendant 200 heures (V200) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).

Une seule différence est observée en terme de répartition des différentes morphologies: le tableau III.2 montre en effet que la proportion des grains contenant les extrusions (par rapport à celle contenant des marches dites « mixtes ») est considérablement plus élevée pour la condition vieilli à 475°C. Ce résultat est illustré de façon schématique sur la figure III.14 qui montre un pourcentage de grains avec des extrusions-intrusions plus élevé pour l'état vieilli par rapport à l'état hyper-trempé, et parallèlement, un pourcentage des grains contenant des marches dites mixtes plus faible dans le cas vieilli par rapport à l'état hyper-trempé.

T.T.	Nombre des grains γ analysés	Nombre des grains γ actifs	Morphologie prédominante		
			LG simple	Mixte	Extrusions
H.T.	355	220 (61,9%)	91	72	57
V200	474	296 (62,4%)	132	51	113

Tableau III.2. Morphologie prédominante en surface dans les grains actifs d'austénite hypertrempée (H.T.) et d'austénite vieilli (V200), après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$.

Si l'on considère que les marches mixtes (mélange d'extrusion et ligne de glissement) représentent l'état primitif de la formation des extrusions, il semble alors que le relief en

surface des grains austénitiques soit plus évolué dans le matériau vieilli et par conséquent que l'activité plastique de cette phase soit aussi plus importante. Pourtant, cette affirmation ne peut être formulée qu'à titre qualitatif, puisque comme il sera montré dans la section suivante, l'estimation correcte de l'activité plastique à partir du relief créé en surface doit être faite en prenant en compte, entre autres, les dimensions et densité des marches concernées dans la surface analysée.

Orientation des marches témoins de la déformation cyclique

En terme de disposition macroscopique des traces formées en surface de la phase austénitique, l'acier ne présente aucune différence marquée entre l'état hyper-trempé et l'état vieilli à 475°C. La distribution des grains actifs et la distribution du nombre des marches témoins de la déformation cyclique en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de chargement sont données sur la figure III.15.a et la figure III.15.b respectivement. Les deux conditions de traitement thermique présentent une distribution assez proche, toutes les marches forment un angle avec l'axe de chargement compris entre 25° et 85°, dont le maximum est situé aux alentours de 55°. Ces résultats sont similaires quels que soient la caractéristique analysée, le nombre de grains actifs ou le nombre de marches témoins de la déformation cyclique. Indépendamment de l'état de la matrice ferritique (vieilli ou non vieilli), la disposition dans laquelle les extrusions émergent en surface correspond donc à une réponse mésoscopique, donc lié à chaque grain et dictée par l'orientation du plan correspondant au système de glissement activé.

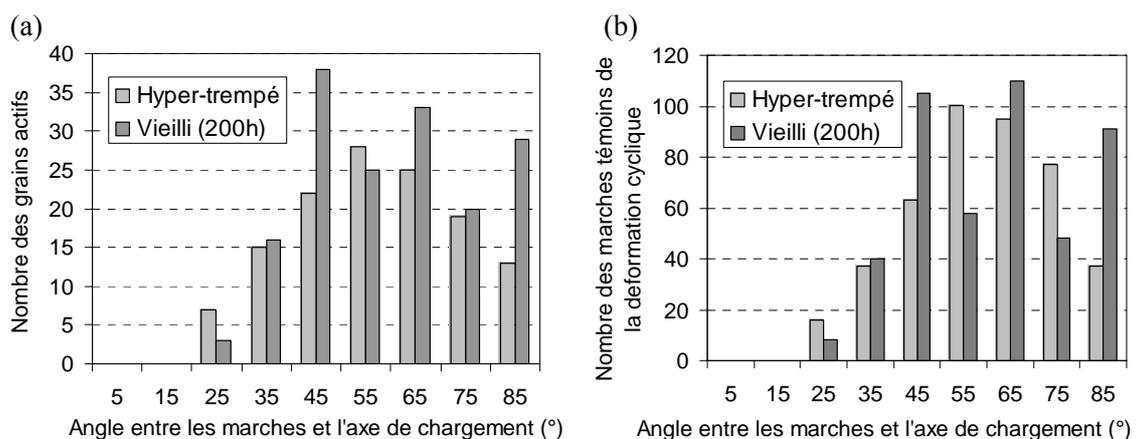


Figure III.15. Distribution du nombre des grains actifs (a) et des marches témoins de la déformation cyclique (b) en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de sollicitation après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).

Nombre total de marches en surface

Le tableau III.3 détaille le nombre de marches témoins de la déformation cyclique à la surface des grains austénitiques nommé M (somme du nombre d'extrusions et de marches dites « mixtes »), pour chaque condition de traitement thermique et pour chaque zone ($145\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$) analysée. Le nombre moyen des marches (M) par grain est supérieur dans l'état hypertrempé. Ce résultat surprenant et en contradiction à l'analyse présenté précédemment (rugosité en surface équivalente ou plus développée dans l'état vieilli par rapport à celle observée dans l'état hypertrempé), peut être expliqué par le fait que le calcul du nombre moyen des marches a été fait à partir d'une analyse qui prend en compte l'ensemble du matériau, i.e. la totalité des grains austénitiques et ferritiques. Bien que la fraction volumique soit la même pour les deux conditions ($50\%\gamma$ et $50\%\alpha$), la taille des grains et la disposition des phases peut varier considérablement dans les différentes zones ($145 \times 145\mu\text{m}$) analysées. En ce qui concerne la dimension des grains, le potentiel d'un grain à accommoder la déformation plastique dépend entre autres de sa taille et par conséquent, la probabilité d'émergence des marches sera liée à la surface qu'occupe le grain à la surface et sa profondeur. Par conséquent, le nombre des marches en surface sera d'autant plus élevé dans un grain de dimensions plus importantes.

En considérant exclusivement la phase austénitique et les dimensions des grains actifs, il est possible d'éviter toute ambiguïté créée par ces deux paramètres (distribution locale des phases et taille des grains). Les résultats sont présentés dans le tableau III.3 comme la moyenne des densités linéaires ($M/\mu\text{m}$) et surfacique ($M/\mu\text{m}^2$) sur l'ensemble des grains austénitiques actifs. De cette manière, la distribution moyenne des marches dans l'ensemble des « grains actifs cycliquement », reste identique pour les deux conditions analysées.

<i>T.T.</i>	<i>Nombre total des grains austénitiques</i>	<i>Nombre de grains actifs</i>	<i>Nombre de marches (M)</i>	<i>M/grain</i>	<i>M/μm</i>	<i>M/μm²</i>	
Hyper-trempé	Zone A 145μm*145μm	64	44	128	2,91	0,339	0,080
	Zone B 145μm*145μm	70	42	178	4,24	0,328	0,046
	Zone C 145μm*145μm	86	43	119	2,77	0,311	0,058
	Total H.T. 435μm*435μm	220	129	425	3,29	0,326	0,061
Vieilli (200 heures)	Zone A 145μm*145μm	106	53	133	2,51	0,297	0,052
	Zone B 145μm*145μm	83	56	183	3,27	0,341	0,069
	Zone C 145μm*145μm	107	55	144	2,62	0,342	0,074
	Total V200 435μm*435μm	296	164	460	2,80	0,327	0,065

Tableau III.3. Distribution moyenne des marches témoins de la déformation plastique cyclique à la surface des grains austénitiques en fonction du nombre de grains actifs et des dimensions des grains concernés (diamètre et aire).

III.3.2.3. Données quantitatives du relief en surface des grains austénitiques

La figure III.16 montre la distribution des hauteurs d'extrusion (notée δ) pour les deux conditions de traitement thermique étudiées (hypertrempée et vieillie). Malgré une moyenne similaire, l'acier BōA911 vieilli présente une distribution très légèrement déplacée vers une hauteur plus importante et une distribution légèrement plus large. Contrairement à l'analyse qualitative de la surface (grains actifs, caractéristiques du relief, orientation et quantité des marches) et à l'observation des arrangements de dislocations développés au cœur du matériau, la différence en terme de distribution des hauteurs d'extrusion dans l'austénite suite à la sollicitation cyclique à faible amplitude de déformation, suggère que les grains d'austénite ne

se comportent pas de la même manière dans une matrice ferritique apparemment « inactive » mais de dureté différente.

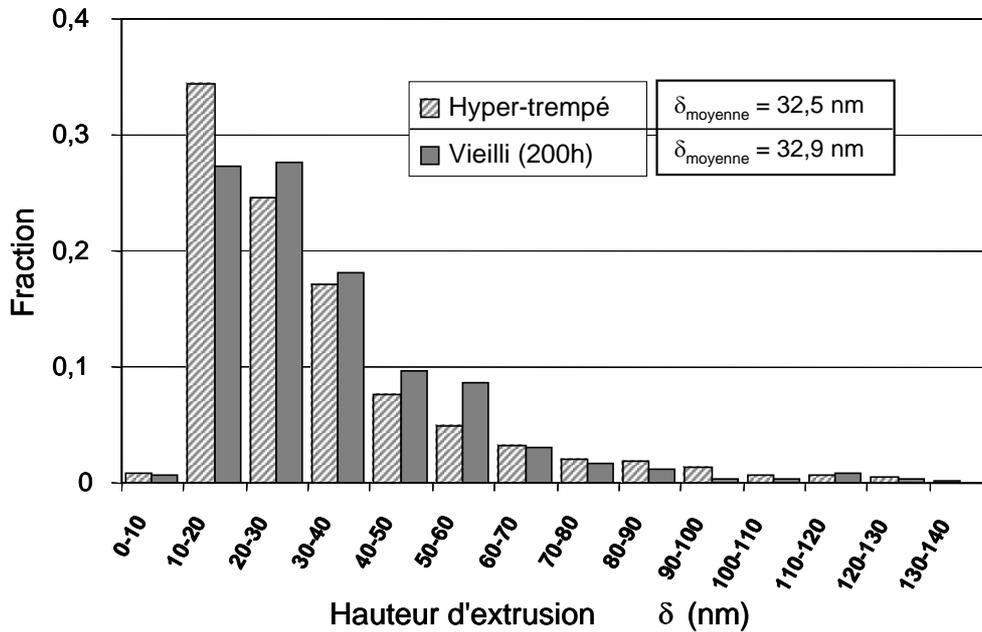


Figure III.16. Distribution des hauteurs des extrusions dans la phase austénitique après fatigue à $\Delta\varepsilon_f=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_f).

Les distributions des largeurs des extrusions (notées a) pour l'acier duplex BøA911 hypertrempé et vieilli sont présentées à la figure III.17.a. Comme observé sur le cuivre polycristallin, la largeur d'une extrusion est clairement conditionnée par les dimensions en surface du grain concerné [Creteigny 2001], ce qui peut être vérifié en comparant la distribution des largeurs des extrusions (figure III.17.a) avec la distribution des diamètres de grains austénitiques étudiées dans cette analyse (figure III.17.b). Pour les deux conditions, la distribution de la largeur d'extrusion est proche de celle du diamètre de grain, à l'exception d'un léger décalage vers la droite (dimensions plus importantes) dans le cas de la distribution des diamètres des grains. Ce résultat peut être expliqué premièrement, par la largeur maximale d'extrusion, limitée par la taille de grains et également, par le fait que toutes les extrusions ne traversent pas entièrement le grain auquel elles appartiennent. Deuxièmement, pour un grand nombre de grains analysés, la forme des grains en surface est aléatoire, de ce fait, la largeur des extrusions sera donc liée à la direction et au positionnement de chaque extrusion par rapport à la forme du grain concerné.

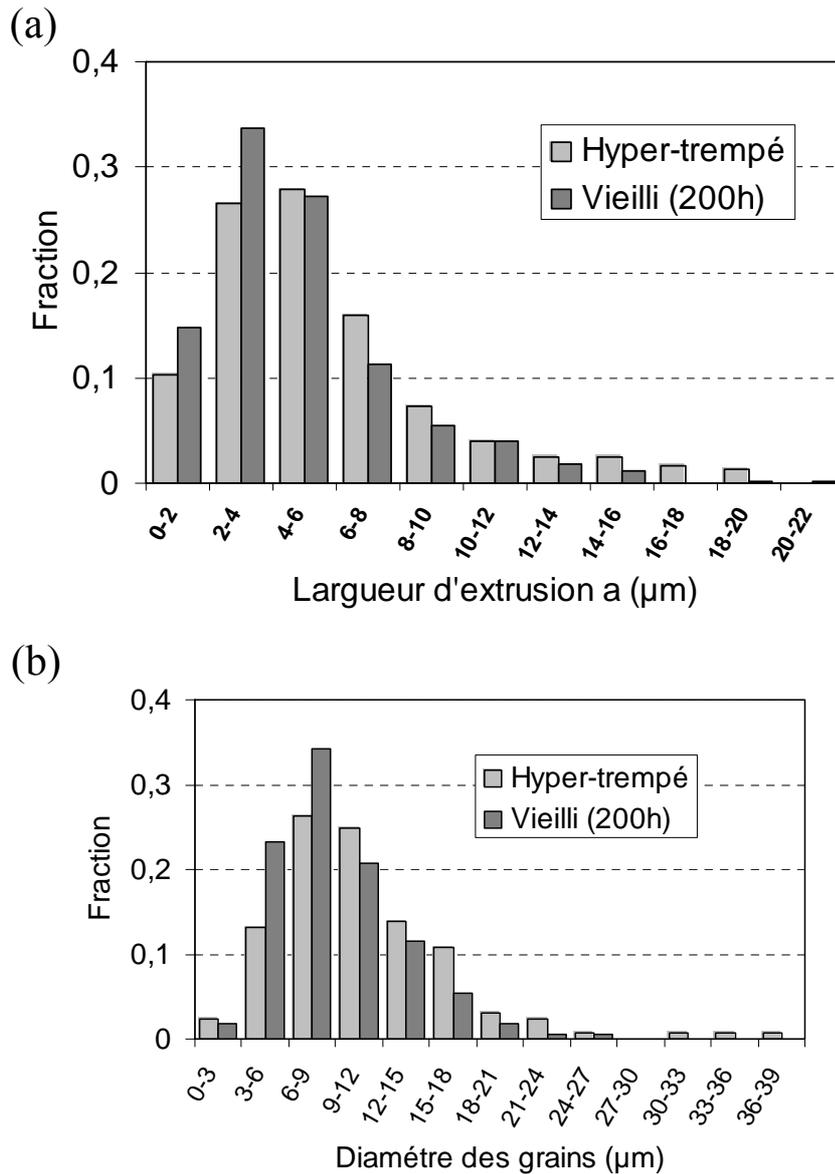


Figure III.17. Distribution des largeurs des extrusions en surface des grains austénitiques (a) après la sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture. Distribution de la taille des grains concernés (b).

Afin de vérifier l'influence possible macroscopique de l'orientation des traces générées en surface sur les dimensions δ et a des extrusions avec la direction de sollicitation, les distributions des moyennes des hauteurs et des largeurs d'extrusion en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de chargement sont tracées respectivement aux figures III.18.a et III.18.b. Quel que soit le traitement thermique subi par l'acier BÖA911 (hypertrempé ou vieilli à 475°C), les paramètres a et δ ne présentent pas de variation significative en fonction de l'orientation des marches. En conséquence, l'émergence et la disposition des extrusions en

surface des grains austénitiques de l'acier duplex dans les deux cas étudiés (observé dans la section précédente) mais aussi les dimensions (a et δ), correspondent à une réponse mésoscopique qui dépend principalement des caractéristiques de chaque grain: forme, dimensions et orientation cristallographique.

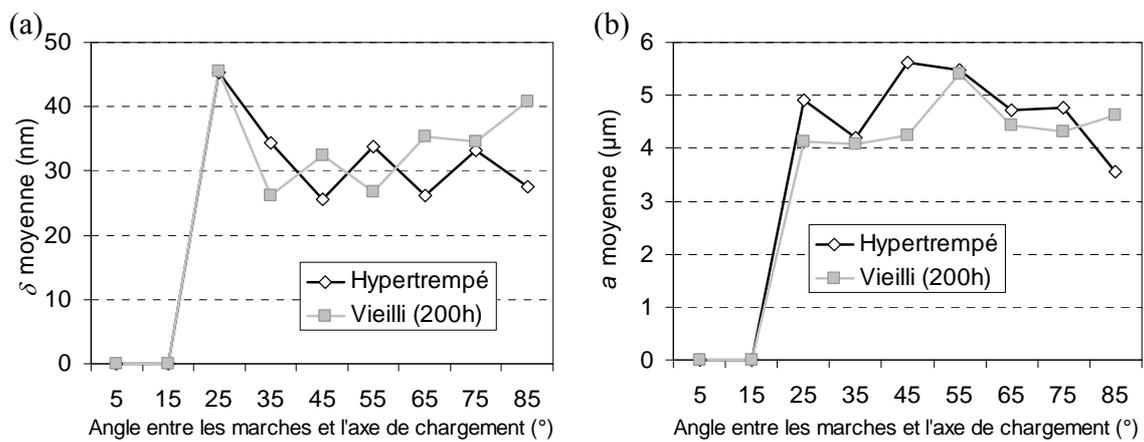


Figure III.18. Distribution de la hauteur (δ) et de la largeur (a) moyenne des extrusions observées en surface des grains austénitiques après sollicitation cyclique ($\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ - N_f) en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de chargement.

Les paramètres étudiés dans cette partie illustrent l'hétérogénéité de la répartition du relief en surface des aciers duplex pendant la sollicitation cyclique. Comme cela a été montré par plusieurs auteurs, les caractéristiques et dimensions des marches en surface des aciers fatigués sont en lien étroit avec les caractéristiques microstructurales du matériau étudié : en particulier la taille, la forme des grains [Man 2002], et leur orientation cristallographique [Man 2002; Villechaise 2002; Girones 2004]. Ainsi, la présence d'extrusions en surface de la phase austénitique de l'acier BōA911 et leurs dimensions, sont fonction des caractéristiques microstructurales de cette phase (polycristalline non texturée, taille de grain aléatoire).

III.4. Modèle d'estimation de la déformation plastique irréversible en surface après sollicitation cyclique

Cette partie est dédiée à la définition d'un indicateur nommé γ^{irrev} , permettant d'évaluer l'activité plastique cyclique de la phase austénitique à partir des données qualitatives et quantitatives obtenues en surface. Conscient de l'hétérogénéité du processus de formation du relief en surface durant la sollicitation cyclique, l'indicateur sera utilisé pour comparer la déformation plastique irréversible calculée sur la surface précédemment étudiée de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$, dans chacune des conditions de traitement thermique analysées (hypertrempée et vieillie).

III.4.1. Définition de l'indicateur γ^{irrev} pour l'estimation de la déformation plastique irréversible en surface

Considérons, dans un premier temps, le cas d'un monocristal orienté pour le glissement simple. Suite à l'application d'une contrainte en traction, supérieure à la limite d'élasticité, et retour à charge nulle, le monocristal subit un déplacement irréversible en surface δ (figure III.19) conséquence de l'intersection de dislocations, qui « glissent » dans un système actif, avec la surface libre. Plusieurs auteurs ont observé que la hauteur des marches (extrusions) générées en surface des aciers austénitiques augmente de façon continue pendant la sollicitation cyclique [Heino 2001; Man 2002]. Ce fait, vérifié pour la phase austénitique de l'acier B0A911 et présenté dans le chapitre suivant, permet d'utiliser δ (définie dans la partie précédente comme la hauteur d'extrusion) comme un paramètre de base dans l'estimation de l'activité plastique irréversible en surface. De plus, facilement mesurable par AFM, il peut être relié à la déformation plastique imposée par la relation III.1, où L représente la largeur du monocristal.

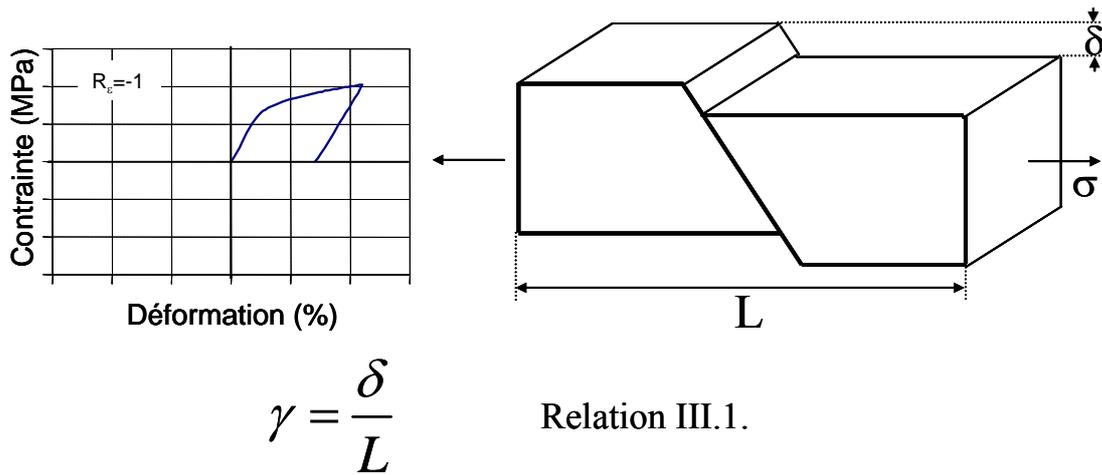


Figure III.19. Schéma de la formation du relief dans un monocristal suite à une charge–décharge.

Pour le même cristal sollicité en traction puis en compression (cas du premier cycle en fatigue, figure III.20), le glissement peut, en compression, déplacer un volume de matière adjacent à celui activé en traction (direction opposée) [Mura 1994], ce qui donnera lieu à la formation d'un relief en surface malgré le retour du cristal à sa forme originelle. Dans ce cas, comme l'indique la relation III.2, la déformation plastique résiduelle sera égale au double de la valeur estimée dans le cas de la traction.

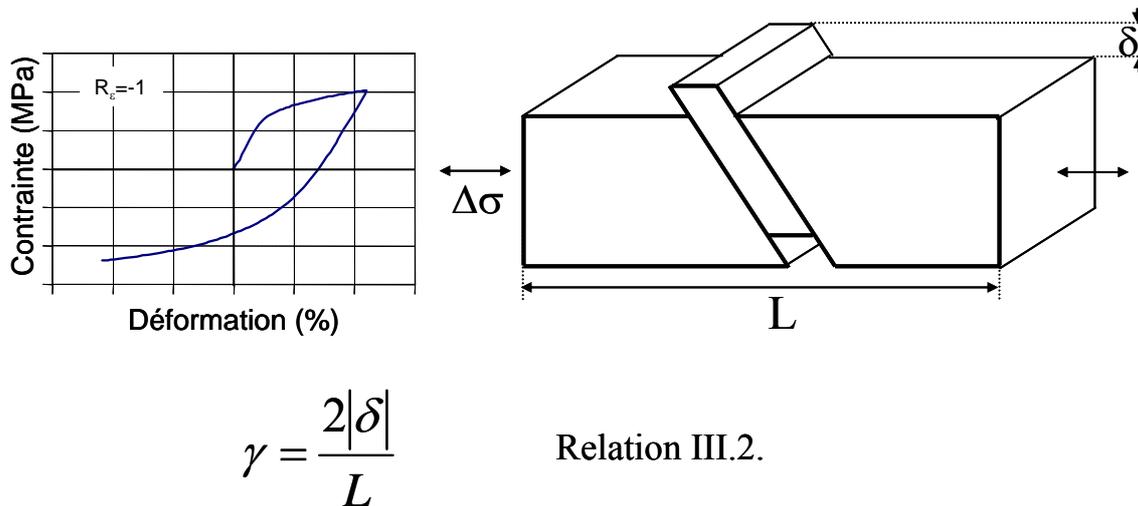
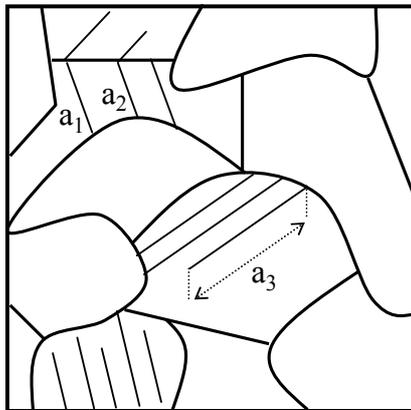


Figure III.20. Schéma de la formation du relief dans un monocristal en état maximal de contrainte en compression (cas du premier cycle en fatigue).

Tenant compte de la totalité du cristal, la déformation plastique irréversible en surface sera donc la somme des contributions de toutes les marches créées en surface (qui avec la répétition des cycles alternés de sollicitation mécanique deviendront des extrusions séparées par une partie du cristal non déformée) :

$$\gamma^{irrev} = \frac{\sum_{j=1}^m 2|\delta_j|}{L} \quad \text{Relation III.3}$$

En considérant maintenant un polycristal, les extrusions créées suite à une sollicitation cyclique, ne traversent pas l'ensemble de la surface libre de l'éprouvette. L'activité plastique cyclique et la rugosité émergeant en surface sont liées aux caractéristiques des grains: i) la largeur des extrusions est limitée par la taille du grain concerné et par l'emplacement de l'extrusion dans le grain (voir a_1 et a_2 dans la figure III.21). ii) certaines extrusions ne traversent pas l'ensemble du grain concerné (voir a_3 dans la figure III.21). Par conséquent, l'estimation correcte de la déformation plastique irréversible en surface, dépend de la hauteur des extrusions, mais aussi de leur largeur a .



$$\delta_{grain}^{norm} = \sum_{i=1}^n 2|\delta_i| a_i^{norm} \quad \text{Relation III.4.}$$

$$a^{norm} = \frac{a}{d_{grain}} \quad \text{Relation III.5.}$$

Figure III.21. Schéma de l'activité surfacique dans un polycristal. La largeur des extrusions générées en surface est liée à la taille et à la forme du grain concerné ainsi qu'à l'emplacement de l'extrusion.

Ainsi, il a été nécessaire d'introduire un paramètre supplémentaire (a^{norm}), afin de prendre en considération la largeur des extrusions. Ce paramètre permet de considérer la largeur des extrusions (a) par rapport à la taille du grain concerné d_{grain} (relation III.4), ce qui a permis de tenir compte des différents cas illustrés dans la figure III.21. La valeur d_{grain} correspond au

diamètre du cercle équivalent à la surface de chaque grain, estimé dans l'étude microstructurale réalisée par EBSD avant la sollicitation cyclique.

Grâce à l'adition de ce paramètre (a^{norm}), il est donc possible d'estimer la « quantité de matière extrudée » pour chaque grain possédant un relief témoin de la déformation plastique cyclique (δ_{grain}^{norm}), grâce à la somme des contributions de toutes les extrusions concernées (relation III.5). Cette normalisation permet d'estimer la déformation plastique irréversible en surface par grain tout en considérant la hauteur et les largeurs de chaque extrusion :

$$\gamma_{grain}^{norm} = \frac{\sum_{i=1}^n 2|\delta_i|a_i^{norm}}{d_{grain}} \quad \text{Relation III.6.}$$

Finalement, la déformation plastique irréversible en surface du matériau sera la somme des quantités de « matière extrudée » dans chacun des grains actifs, normalisée par la zone utile, laquelle est constituée par la somme de tous les diamètres des grains concernées par l'analyse :

$$\gamma^{irrev} = \frac{\sum_{j=1}^m \delta_{grain j}^{norm}}{\sum_{k=1}^n L_k} \quad \text{Relation III.7.}$$

III.4.2. Estimation de la déformation plastique irréversible en surface

III.4.2.1. Déformation plastique irréversible en surface par grain

En considérant chaque grain comme un monocristal isolé qui a subi une sollicitation cyclique, la déformation plastique irréversible en surface, a été calculée pour tous les grains austénitiques actifs en prenant en compte la hauteur et les dimensions latérales d'extrusions (relation III.6). A cause de l'hétérogénéité du processus de formation du relief en surface dans

le matériau pendant la sollicitation cyclique, la moyenne de ce paramètre (γ_{grain}^{norm}) s'avère trop imprécise et peu représentative de tous les grains évalués. Ainsi, comme le montre la figure III.22, il convient d'utiliser une distribution statistique pour comparer les deux conditions étudiées, hypertrempée et vieillie.

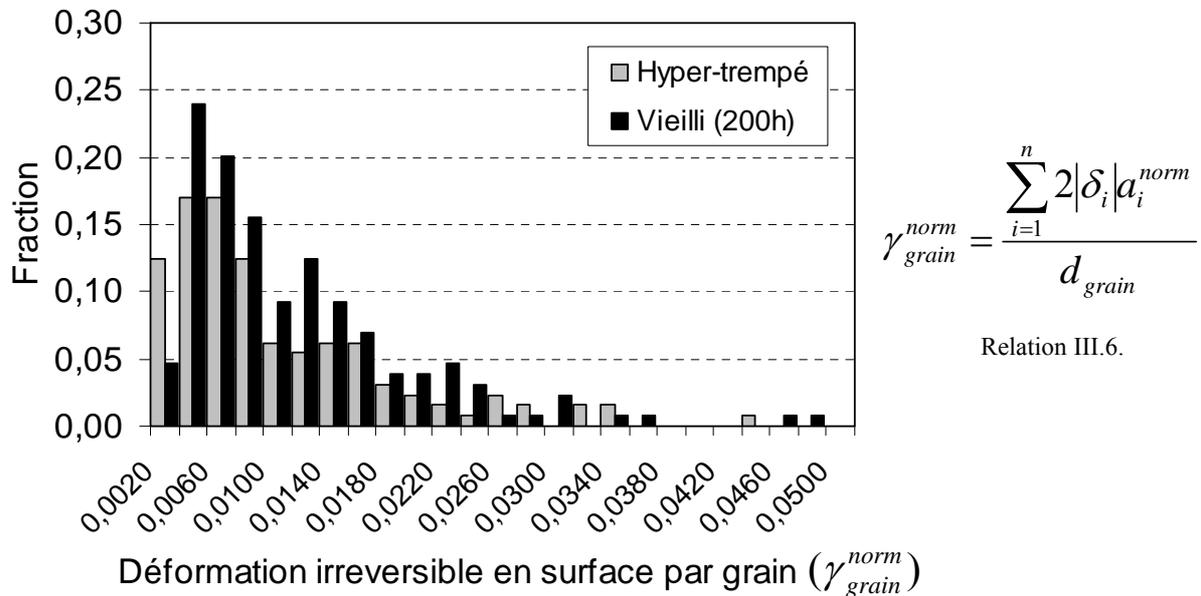


Figure III.22. Distributions des déformations irréversibles par grain en surface de l'acier B0A911 pour les conditions hypertrempée et vieillie pendant 200 heures à 475°C ($\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ et à rupture).

Pour les deux distributions observées à la figure III.22, l'utilisation d'une représentation des distributions statistiques log-normales permet une lisibilité adéquate de la répartition des déformations irréversibles plastiques par grain mesurées en surface. La figure III.23 illustre la différence de répartitions du paramètre γ_{grain}^{norm} pour les deux conditions analysées. L'acier hypertrempé présente des valeurs modales (fraction plus importante) plus élevées et déplacées vers la gauche (valeurs plus basses) par rapport à la distribution observée pour l'acier vieilli. Ces résultats permettent d'affirmer qu'*au même niveau de déformation macroscopique imposé, un nombre plus important de grains austénitiques actifs de l'acier duplex vieilli sont témoins d'une déformation plastique irréversible en surface, plus intense, que celle observée dans le matériau hypertrempé.*

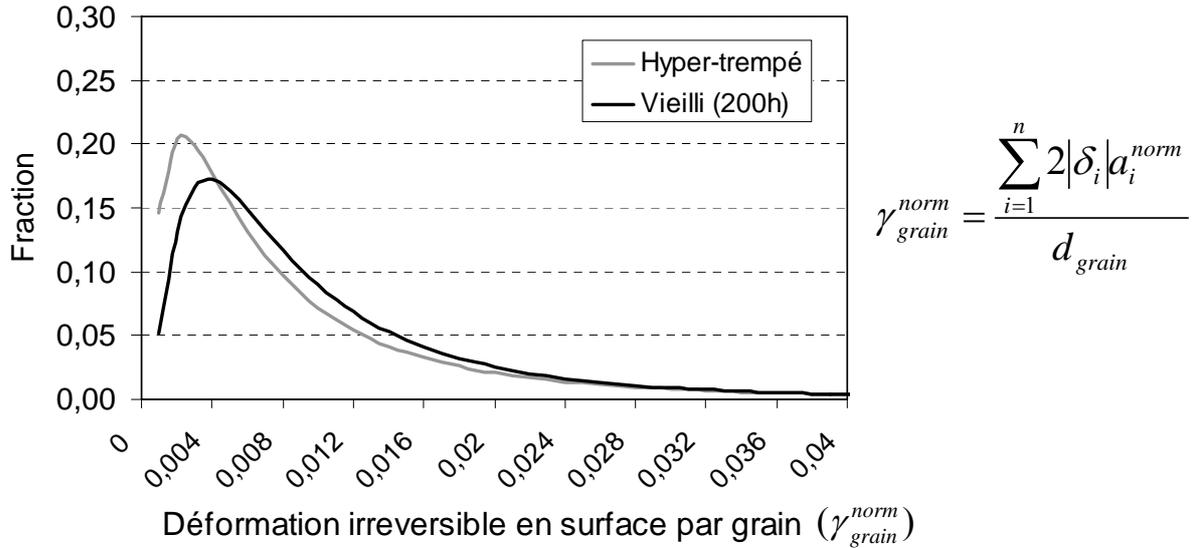


Figure III.23. Distribution statistique lognormale de la déformation plastique irréversible par grains (γ_{grain}^{norm}) après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ - N_r), pour l'acier BÖA911 hypertrempé et vieilli pendant 200 heures à 475°C.

III.4.2.2. Déformation plastique irréversible en surface de l'acier duplex BÖA911

La section précédente a permis de comparer les déformations plastiques en surface, à l'échelle mésoscopique, en considérant chaque grain actif comme un cristal isolé. La somme de quantité de «matière extrudée» dans chacun des grains actifs (δ_{grain}^{norm}), a été utilisée pour l'estimation de la déformation plastique irréversible concernant l'ensemble de la zone analysée (relation III.7). La zone utile ou surface d'analyse a été définie comme la somme des diamètres de tous les grains (austénitiques et ferritiques) de la surface étudiée $435\mu m * 145\mu m$.

Le tableau III.4 donne les valeurs de déformation plastique irréversible en surface pour l'acier duplex BÖA911 à l'état hypertrempé et vieilli. En accord avec l'analyse de la déformation plastique irréversible en surface par grain, les grains d'austénite dans l'acier vieilli présentent une activité de déformation plastique en surface supérieure (14,3%) à celle observée pour l'acier hypertrempé. Cependant, étant donné le caractère aléatoire des caractéristiques microstructurales du matériau d'étude, il est nécessaire de vérifier que les deux conditions possèdent des populations statistiques exemptes de valeurs aberrantes pouvant altérer la précision de l'analyse comparative.

<i>T.T.</i>	<i>Quantité de matière extrudée</i> ($\Sigma \delta_{grain}^{norm}$)	<i>Zone utile (ΣL)</i>	<i>Déformation plastique irréversible</i> <i>en surface (γ_{irrev})</i>
H.T.	12364 nm	4919 μm	0,00251354
V200	14944 nm	5203 μm	0,00287221

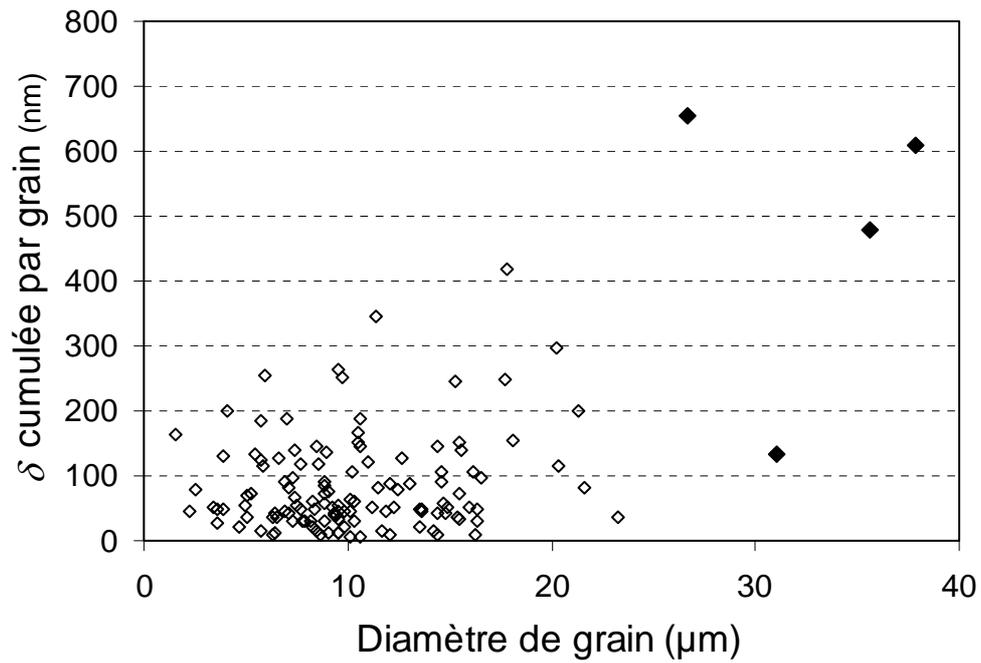
Tableau III.4. Estimation de la déformation plastique irréversible (relation III.7) pour une surface de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$ de l'acier B0A911 vieilli (V200) et hypertrempé (H.T) après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).

Du fait de son caractère additif (qui tient compte de la somme des contributions de toutes les extrusions du grain évalué), le paramètre δ_{grain}^{norm} peut attribuer une importance exagérée aux grains de taille maximale (points pleins dans les figure III.24a et b). Les grains de taille plus importante ont, en effet, le potentiel de développer un plus grand nombre de plans de glissement parallèles (dans le cas du glissement simple), pouvant se traduire en surface par une quantité et une largeur des extrusions considérablement plus grande, ce qui explique des valeurs de δ_{grain}^{norm} aussi élevées.

Il est évident que la contribution de ces grains doit être considérée pour l'estimation correcte de la déformation plastique irréversible totale dans la surface analysée. Cependant, la présence de ces valeurs considérées comme non représentatives de la population étudiée (en terme de taille de grain), risque de perturber l'analyse comparative entre les deux conditions de traitement thermique (figure III.24).

Afin de comparer les paramètres γ_{irrev} pour des populations similaires dans les deux conditions de traitement thermique, un nouveau calcul de la déformation irréversible en surface a été réalisé pour les grains austénitiques dont la taille est inférieure à $25\mu\text{m}$ (diamètre). L'élimination des grains de taille supérieure (5 pour la condition hypertrempée et 1 pour la condition vieilli figure III.24) a été validée grâce à l'analyse de distribution de la taille de grains correspondant à chaque condition par la méthode de la boîte à moustaches ou *Box Plot*. Par cette méthode, les grains à éliminer correspondent bien à des valeurs aberrantes, non représentatives des deux séries traitées (annexe 2).

(a) Hypertrempé



(b) Vieilli

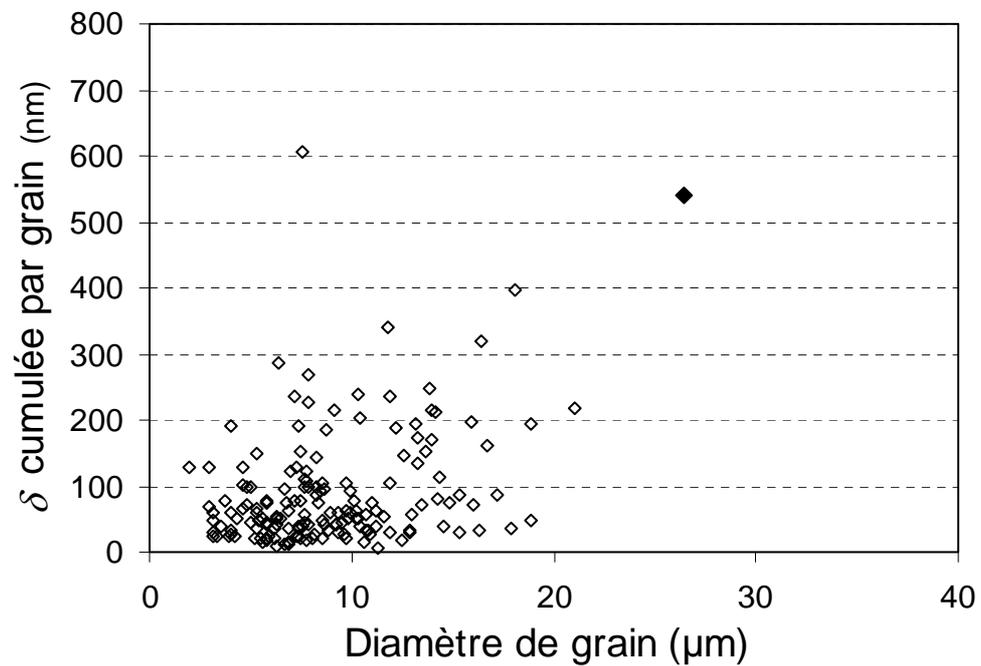


Figure III.24. Quantité de matière extrudée cumulée par grain ($\delta_{\text{grain}}^{\text{norm}}$, relation III.4) en fonction du diamètre de grain pour l'acier BÖA911 hypertrempé (a) et vieilli (b) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_i=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).

Les résultats obtenus après élimination des valeurs aberrantes sont présentés dans le tableau III.5. Les valeurs correspondant à l'amplitude de contrainte stabilisée et la déformation plastique accumulée ont été calculées afin de relier les résultats obtenus avec les propriétés macroscopiques du matériau dans chaque cas analysé. En considérant le même intervalle de tailles de grains pour les deux états, l'écart entre la déformation plastique irréversible en surface des matériaux hyperefforté et vieilli atteint 26% de plus pour l'acier vieilli, alors qu'il était de 14% en considérant l'ensemble des grains sans tenir compte des différences de distribution montrées précédemment (tableau III.4).

<i>T.T.</i>	<i>Amplitude de contrainte (σ_a)</i>	<i>Déformation plastique cumulée</i>	<i>Quantité de matière extrudée ($\sum \delta_{grain}^{norm}$)</i>	<i>Zone utile ($\sum L$)</i>	<i>Déformation plastique irréversible en surface (γ_{irrev})</i>
H.T.	410 MPa	2288 %	10490 nm	4752 μ m	0,00220750
V200	454 MPa	2381 %	14402 nm	5177 μ m	0,00278224

Tableau III.5. Estimation de la déformation plastique irréversible dans une surface de 435 μ m*145 μ m de l'acier B6A911 vieilli (V200) et hyperefforté (H.T), après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a\approx 0,044\%$ (N_f) et l'élimination de valeurs aberrantes.

III.5. Discussion

La partie III.3 présente une analyse détaillée du relief créé à la surface de l'acier inoxydable duplex B6A911, suite à une sollicitation cyclique de faible amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,044\%$) jusqu'à rupture. Etant donné l'évolution négligeable de l'état de surface des grains ferritiques, l'analyse s'est concentrée sur l'étude de la surface des grains austénitiques.

Après la rupture et pour une même déformation plastique cumulée, l'endommagement en surface du matériau, à l'état de réception (hypertrempé) a été comparé à celui du matériau vieilli à 475°C pendant 200 heures. L'acier duplex vieilli se différencie de l'acier hypertrempé uniquement par la déformabilité de la matrice ferritique. Pour cette étude comparative, l'utilisation de l'AFM a permis de réaliser une étude qualitative du relief généré en surface (activité, morphologies et distribution) avec une excellente résolution dans chacun des cas, mais aussi de comparer des données quantitatives précises concernant l'activité plastique cyclique, grâce à la mesure des caractéristiques du relief en surface (hauteur δ et largeur a des extrusions).

En admettant les résultats de la littérature sur le comportement en fatigue oligocyclique des aciers duplex [Magnin 1988; Polak 1993; Mateo 1996; Vogt 1999; Mateo 2001; Polak 2001; Stolarz 2001; Vogt 2001] et à la vue du comportement cyclique de l'acier B6A911 à l'état hypertrempé et vieilli à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ (partie III.2), les analyses qualitative et quantitative de la surface témoin de l'activité plastique cyclique devraient conduire à des résultats similaires, quel que soit l'état de la matrice ferritique (vieillie ou hypertrempée). Ceci confirmerait donc la théorie de l'activité plastique exclusive dans la phase austénitique, dû à la passivité de la ferrite, notion utilisée pour décrire le comportement en fatigue oligocyclique des aciers duplex aux faibles amplitudes de déformation.

Plusieurs résultats pourraient valider hypothèse; le relief en surface est similaire pour les deux conditions étudiées (hypertrempée et vieillie) en ce qui concerne l'activité négligeable en surface des grains ferritiques, la distribution des grains austénitiques *actifs* et *non actifs*, les caractéristiques des extrusions, l'orientation des marches témoins de la déformation cyclique

et le nombre de marches par unité de surface. Cependant, les données quantitatives concernant la mesure des caractéristiques du relief, notamment la hauteur des extrusions (distribution), ainsi que la distribution des différentes morphologies en surface, témoin de la déformation plastique cyclique (*grains avec extrusions / grains avec marches de type mixte*), montrent sans ambiguïté l'existence d'un relief plus développé en surface des grains d'austénite du matériau vieilli et remettent en question l'hypothèse de la passivité de la ferrite à faible amplitude de déformation cyclique.

Les résultats des analyses qualitative et quantitative en surface présentent donc deux tendances différentes, et l'hypothèse du régime exclusivement austénitique est vérifiée ou remise en question selon le paramètre analysé. Par conséquent, pour pouvoir comparer correctement l'activité en surface issue de la sollicitation cyclique des deux conditions étudiées, il est nécessaire d'utiliser un critère qui puisse tenir compte de l'ensemble des caractéristiques du relief. C'est pourquoi, un indicateur nommé γ_{irrev} a été défini pour estimer la déformation plastique irréversible en surface d'un matériau polycristallin ayant subi des sollicitations cycliques. Cet indicateur constitue une version modifiée du modèle proposé par Cretegnny et al [Cretegnny 2001] pour l'étude de l'endommagement en surface du cuivre polycristallin, adapté pour tenir compte de la taille de grain, qui est l'un des paramètres de base dans l'étude de surface présentée dans ce chapitre. Les avantages principaux de ce modèle sont les suivants:

- Utilisation de paramètres facilement mesurables par AFM.
- Possibilité de tenir compte des différentes morphologies en surface témoins de la déformation cyclique, quelle que soit sa taille.
- Possibilité d'analyser des aires avec très peu de déformation, i.e. grains avec une seule extrusion.
- Facilité d'adaptation à l'échelle de l'étude, défini en fonction de la taille de grains et de la résolution latérale souhaitée

Le calcul de γ_{irrev} dans une zone de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$ et affinée par l'élimination de valeurs aberrantes, révèle une déformation plastique irréversible en surface supérieure de 26% dans les grains d'austénite de l'acier duplex qui a subi le traitement thermique de vieillissement à 475°C pendant 200 heures. Ainsi, suite à la sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_f=0,5\%$ (faible

amplitude de déformation, $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$), la surface des grains austénitiques témoigne d'une activité plastique plus importante quand elle est entourée d'une matrice ferritique très peu déformable (acier vieilli), que lorsqu'elle est entourée d'une matrice ferritique déformable (acier hypertrempé).

En raison d'une forte augmentation de la limite d'élasticité de la ferrite, suite au vieillissement à 475°C, la déformation plastique imposée pendant la sollicitation oligocyclique à faible amplitude de déformation se concentre exclusivement dans les grains austénitiques. En conséquence, l'activité en surface des grains austénitiques du matériau vieilli constitue un indicateur de la totalité de la déformation plastique accumulée par l'ensemble de l'acier BÖA911. L'analyse de surface réalisée dans cette étude montre que l'activité en surface des grains austénitiques est moins importante dans le matériau hypertrempé que dans le matériau vieilli, malgré une déformation plastique cumulée macroscopique similaire dans les deux cas. De ce fait, une partie de la déformation plastique cyclique de l'acier duplex hypertrempé sollicité à faible amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,5\% - \Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) est donc fournie par la phase ferritique. Ceci est démontré par une faible évolution topographique en surface des grains ferritiques de l'acier hypertrempé, qui constitue l'indicateur d'activité de plasticité cyclique. Ce relief a été, dans le passé, sous-évalué pour des raisons expérimentales et par suite cela a conduit à une contribution sous-estimée, voire erronée, de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique de l'acier duplex. De cette manière, les résultats obtenus grâce à l'analyse en surface de l'acier duplex BÖA911 par la technique d'AFM dans une surface de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$, remettent en question l'hypothèse de la passivité de la ferrite à faible amplitude de déformation en fatigue oligocyclique.

La participation de la phase ferritique à l'accommodation de la déformation plastique d'acier duplex hypertrempé, même à faible amplitude de déformation, et la différence de dureté entre la matrice ferritique vieillie et hyperetrempée, fournit également des arguments pour expliquer l'écart entre les niveaux de contraintes cycliques mesurés entre les deux états étudiées ($\sigma_a^{\text{vieilli}} = 454\text{MPa}$ et $\sigma_a^{\text{hypertrempé}} = 410\text{MPa}$). La passivité de la ferrite vieillie, conduit à ce que seulement 50% de la fraction volumique (phase austénitique) accommode la totalité de la déformation plastique. Ceci exige une contrainte supplémentaire pour atteindre la déformation plastique imposée, moins élevée dans le matériau hypertrempé, grâce à la participation de la phase ferritique dans l'accommodation plastique, même aux faibles niveaux de contraintes.

III.6. Conclusions du chapitre III

L'analyse de la surface, par Microscopie à Force Atomique, a permis de réaliser une étude comparative, qualitative et quantitative, entre un acier duplex hypertrempé et le même acier duplex vieilli pendant 200 heures à 475°C, sollicités en fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation. Un paramètre basé sur les mesures expérimentales réalisées par AFM, a été déduit afin d'estimer la déformation plastique irréversible en surface (γ^{irrev}) subie par l'acier duplex, hypertrempé et vieilli, pendant la sollicitation cyclique.

Malgré une déformation plastique cumulée équivalente macroscopique, et des caractéristiques, en surface et à cœur, qualitativement similaires dans les deux aciers analysés, le relief généré en surface de la phase austénitique, à faible amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) et après rupture, est plus développé (données quantitatives) dans l'acier duplex vieilli. Le calcul de l'indicateur γ^{irrev} révèle une déformation irréversible en surface plus importante dans le matériau vieilli, celle-ci étant témoin d'un processus de déformation plastique plus intense dans la phase austénitique. De plus, la haute résolution de l'AFM a permis de détecter une évolution modeste de la topographie dans la phase ferritique, et ceci uniquement dans l'acier hypertrempé.

L'ensemble de ces résultats constitue des arguments qui mettent en évidence la participation de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique de l'acier duplex hypertrempé à faible amplitude de déformation, et rejette l'idée de la participation exclusive de la phase austénitique.

Quatrième chapitre

Evolution de l'endommagement en surface lors de sollicitations cycliques à haute amplitude de déformation

IV.1. Introduction.....	137
IV.2. Protocole expérimental	138
IV.2.1. Sollicitation mécanique.....	138
IV.2.2. Caractérisation de la surface	138
IV.3. Résultats expérimentaux	142
IV.3.1. Caractérisation et évolution de la rugosité en phase austénitique.....	142
IV.3.2. Caractérisation et évolution de la rugosité en surface des grains ferritiques	147
IV.3.3. Aspects cristallographiques	154
IV.4. Discussion	155
IV.5. Conclusions du chapitre IV.....	165

IV.1. Introduction

En ce qui concerne la fatigue à hautes amplitudes de déformation, les arrangements de dislocations observés à cœur du matériau mettent en évidence la participation des deux phases des aciers duplex à l'accommodation de la plasticité cyclique. En surface, [Vogt 1994] a montré que l'amorçage des fissures a lieu dans les changements de relief (extrusions) créés dans chacune des phases. De plus, une quantité considérable des fissures en phase ferritique est liée aux interphases α/γ [Vogt 1994; Baffie 1999]. Ces résultats suggèrent que l'endommagement en surface des aciers duplex à haut niveau de déformation est produit par les activités plastiques de l'austénite et de la ferrite séparément, mais aussi résulte d'une étroite interaction entre ces deux phases. Cependant, les détails sur la localisation de l'endommagement en surface dans chacune des deux phases et leur interaction, ainsi que l'amorçage de fissures restent encore imprécis à cause des limitations des techniques d'observation utilisées.

La surface des matériaux comme site préférentiel d'amorçage de fissures et la complexité de la structure biphasée des aciers duplex rendent nécessaire une connaissance plus détaillée et plus précise du relief créé en surface pendant la sollicitation cyclique à haut niveau de déformation. De ce fait, l'objectif de ce chapitre est d'étudier l'évolution de la surface pendant la sollicitation cyclique à haute amplitude de déformation, afin d'apporter des arguments permettant d'avancer dans la compréhension du processus d'endommagement et des interactions entre les deux phases constituantes de l'acier duplex B0A911. De plus, cette étude permettra de relier la modification en surface à l'évolution de la réponse macroscopique du matériau au cours d'un essai de fatigue.

En utilisant l'AFM, une caractérisation mésoscopique de plusieurs zones de l'éprouvette et une analyse quantitative détaillée des différents reliefs développés en surface ont été réalisées à quatre fractions de la durée de vie en fatigue du matériau.

IV.2. Protocole expérimental

IV.2.1. Sollicitation mécanique

Les caractéristiques et la préparation des éprouvettes, ainsi que les détails de l'équipement et du montage utilisés pour la réalisation des essais de fatigue à haut niveau de déformation sont similaires à ceux utilisés dans le chapitre III. Les essais ont été réalisés sous contrôle de déformation totale $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$, avec un signal de pilotage triangulaire symétrique ($R_\varepsilon=-1$). La vitesse de déformation totale a été maintenue constante à $4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ et l'axe de chargement est parallèle au sens de laminage.

Tout d'abord, la réalisation d'essais à rupture a permis de vérifier la fiabilité du montage et la réponse de l'acier B0A911 à l'état hypere trempé. Pour le niveau de déformation choisi ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$), l'acier duplex B0A911 montre une activité surfacique irréversible importante dans ses deux phases constituantes, en accord avec les travaux réalisés sur la même nuance par Massol et al [Massol 2001]. Ensuite, un essai de fatigue interrompu à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$ (détaillé dans l'annexe 3) a été réalisé afin de suivre l'évolution de la surface dans les deux phases de l'acier. Pour la même éprouvette, l'essai a été arrêté et extrait du montage pour l'analyse de la microstructure à 0,15% (5 cycles $\varepsilon_{cum}= 5,1\%$), 3,5% (100 cycles - $\varepsilon_{cum}= 85,6\%$), 25% (730 cycles - $\varepsilon_{cum}= 627,3\%$) et 60% (1680 cycles - $\varepsilon_{cum}= 1545,9\%$) de la durée de vie en fatigue (Nr).

IV.2.2. Caractérisation de la surface

Quatre mêmes zones de $60\mu\text{m} \cdot 60\mu\text{m}$, choisies grâce à une analyse par microscopie électronique à balayage avant la sollicitation mécanique, ont été analysées systématiquement à chaque fraction de durée de vie en fatigue. De la même manière que dans l'étude à faible amplitude de déformation, les zones d'analyse appartiennent à la section utile de l'éprouvette et elles sont suffisamment éloignées des congés et des bords des éprouvettes pour minimiser les effets créés par l'inhomogénéité des champs de déformation.

Afin de tenir compte d'une influence possible de la disposition de la structure biphasée sur les changements en surface, les quatre zones ont été choisies en fonction de leurs caractéristiques microstructurales particulières, notamment la disposition des deux phases constituantes du matériau. La première zone (figure IV.1) se caractérise par la présence de grands îlots austénitiques très séparés les un des autres, avec des tailles de grains légèrement plus importantes que celles des grains austénitiques observés dans les autres zones. Des îlots austénitiques de largeur inférieure et plus proches caractérisent la zone 2 présentée en figure IV.1. La troisième zone présente un îlot de forme plutôt circulaire et de taille considérable, ainsi que des grains austénitiques isolés au milieu de la matrice ferritique. Finalement la zone 4 est composée de grains austénitiques plus isolés à l'intérieur d'une matrice ferritique en fraction considérablement supérieure.

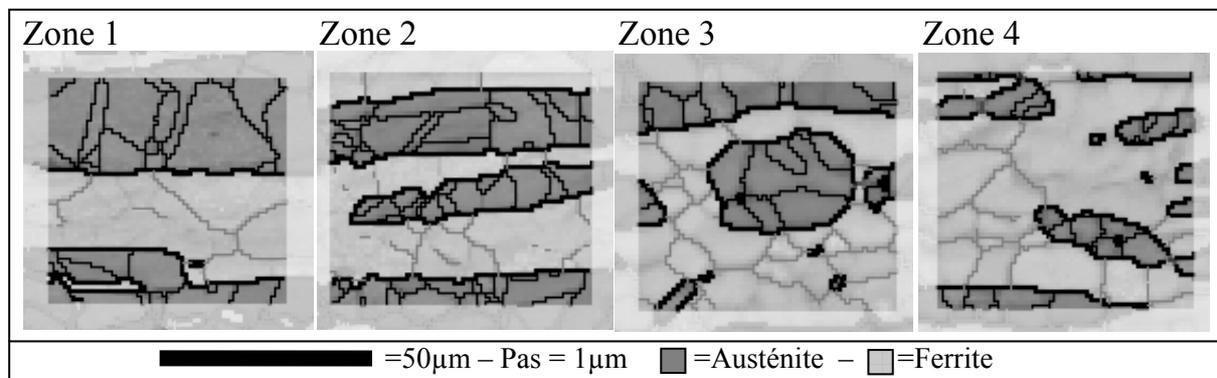


Figure IV.1. Disposition des phases dans les zones choisies pour l'étude de l'évolution en surface à $\Delta\varepsilon_f = 1,6\%$ (images MEB-EBSD).

Chaque zone de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$ est composée de quatre images AFM de $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ avec 512 pixels par ligne et 512 lignes (figure IV.2). Le nombre total de grains analysés est de 103 grains austénitiques et 43 grains ferritiques. Une telle configuration, permet de réaliser une étude représentative à l'échelle mésoscopique en prenant la totalité de l'aire analysée. Parallèlement, la résolution théorique latérale obtenue ($58,29\text{nm}$) est suffisante pour caractériser et mesurer de manière précise la rugosité générée en surface. De plus, des images complémentaires d'AFM ($10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$) ont été prises dans des endroits spécifiques afin de détailler les particularités de certaines morphologies apparues en surface au cours de la sollicitation cyclique (figure IV.2).

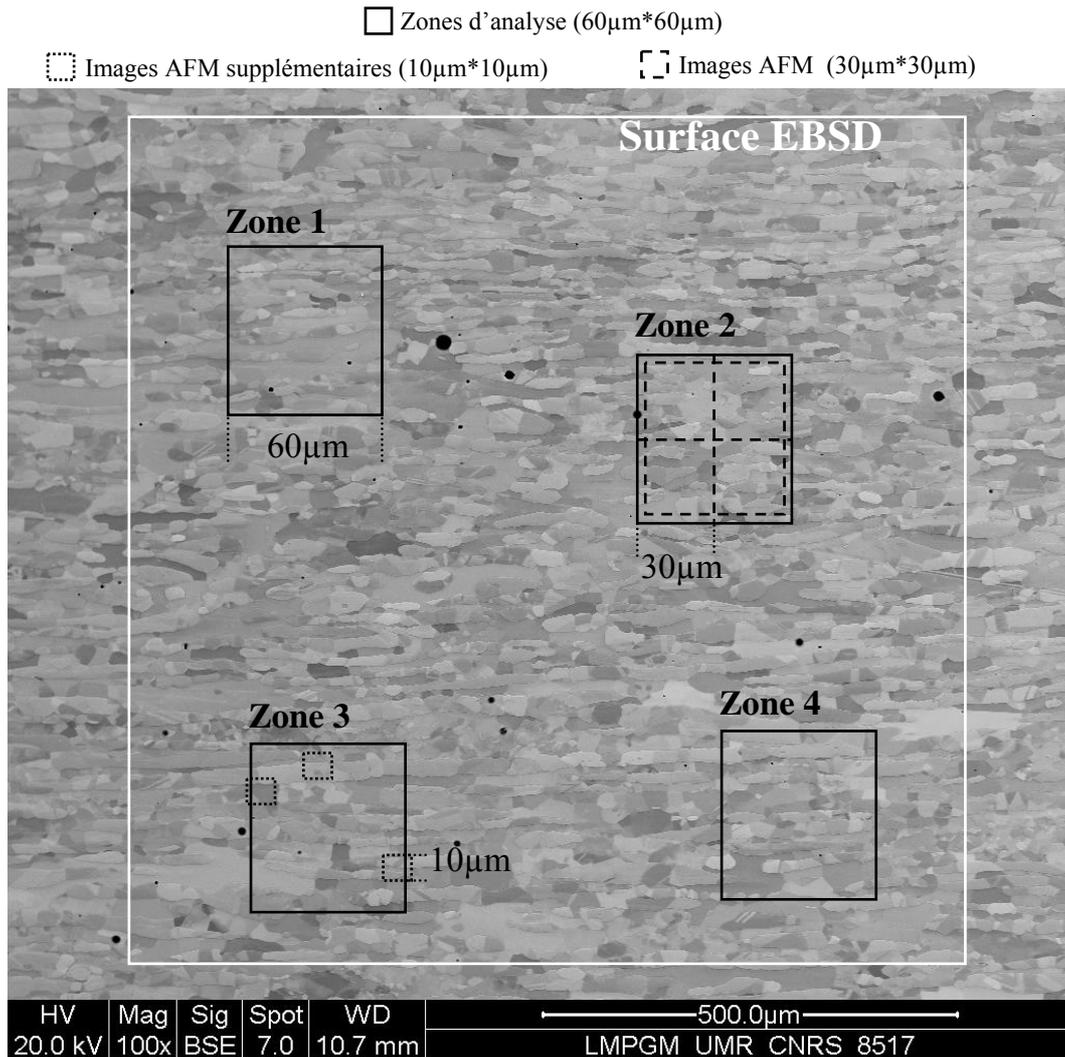


Figure IV.2. S Schéma des dimensions et disposition des images AFM

L'analyse en surface a été effectuée à l'aide d'un microscope à force atomique Veeco, modèle Nanoscope D3100 au laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (LSPES, Université de Lille 1). L'architecture de ce modèle d'AFM, caractérisé par une cale piézoélectrique couplée au système pointe-laser (figure IV.3), permet d'analyser des échantillons de dimensions considérables, rendant possible l'étude de l'évolution de la surface de la même éprouvette de fatigue. Les mesures ont été réalisées en mode intermittent (*tapping mode*) à température et atmosphère ambiantes. Des pointes de géométrie pyramidale en nitrure de silicium (rayon de courbure inférieur à 10nm avec un angle de front, un angle de coté et un angle de retour respectivement égaux à 15°; 17,5° et 25°) ont été utilisées et remplacées régulièrement pour éviter la perte de précision provoquée par l'usure de la pointe.

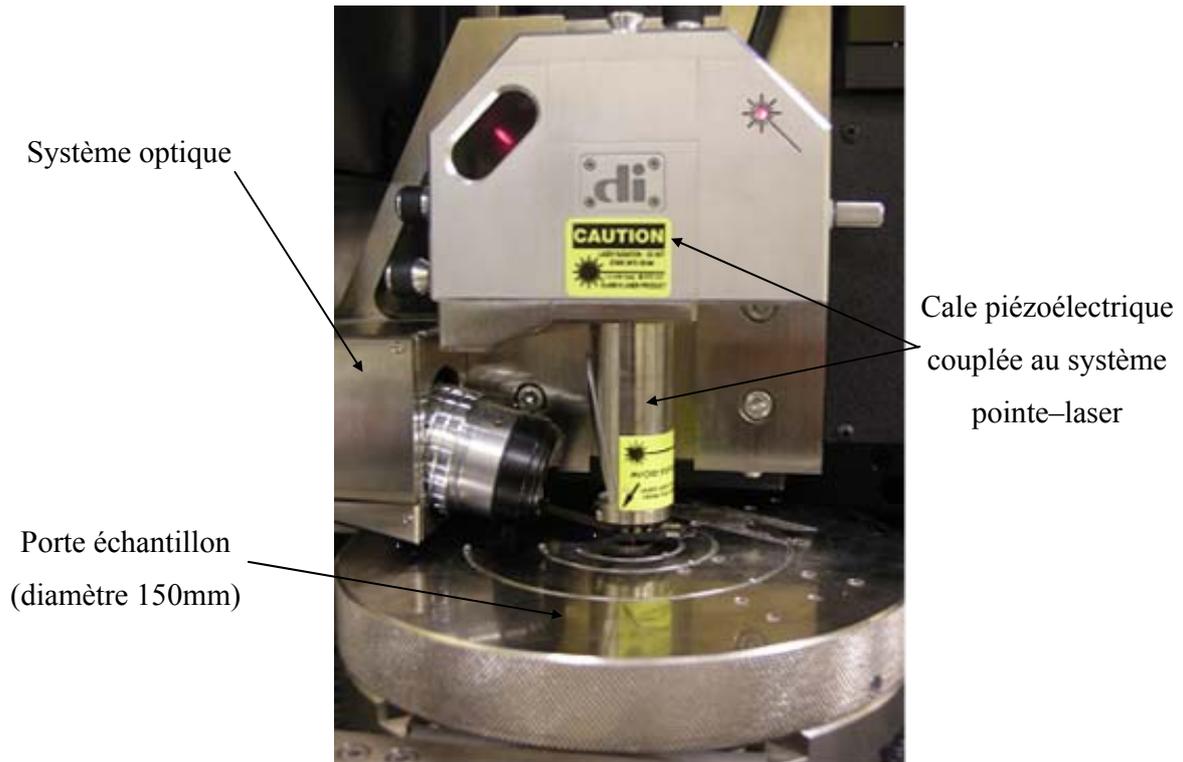


Figure IV.3. Microscope à force atomique Veeco, modèle D3100.

Des données concernant la cristallographie des quatre zones choisies pour l'analyse de surface ont été recueillies, avant la sollicitation mécanique, en utilisant un système d'EBSD HKL adapté à un MEB FEI Quanta 400. Le pas utilisé a été fixé à $1\mu\text{m}$ et le taux d'indexation obtenu a toujours été supérieur à 80%. Les angles d'Euler de chaque grain analysé, données qui caractérisent l'orientation d'un cristal par rapport aux axes de l'éprouvette, ont été utilisés afin d'identifier l'angle d'émergence des 12 et 48 systèmes de glissement préférentiels (concernant respectivement l'austénite et la ferrite). Ces valeurs ont été comparées aux angles formés entre les traces en surface et l'axe de chargement (calculés par AFM), afin d'identifier le plan actif correspondant, ainsi que les possibles directions de glissement et les facteurs de Schmid correspondants.

IV.3. Résultats expérimentaux

L'étude de l'évolution de la surface dans chaque phase (austénite et ferrite) est composée d'une caractérisation à l'échelle du grain et d'une analyse détaillée, qualitative et quantitative, des morphologies prédominantes pendant la sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_f=1,6\%$. De manière cohérente avec l'étude en surface réalisée dans le chapitre III, dans l'analyse à l'échelle mésoscopique, un grain sera considéré comme « actif » s'il présente des changements en surface par rapport à son état initial avant la sollicitation cyclique (poli électrolytiquement et avec une rugosité $R_a < 4\text{nm}$). Les résultats seront présentés séparément pour chaque phase de l'acier duplex B6A911.

IV.3.1. Caractérisation et évolution de la rugosité en phase austénitique

L'activité dans la phase austénitique en terme de modification de la surface, ainsi que d'évolution des différentes morphologies, est similaire quelle que soit la zone de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$ analysée. De ce fait, les résultats à l'échelle mésoscopique, présentés dans cette partie, tiennent compte de l'ensemble des grains austénitiques dans la surface totale d'analyse de $120\mu\text{m} \times 120\mu\text{m}$.

La figure IV.4 montre la distribution en pourcentage des grains dits *actifs* et *non actifs* en fonction de la durée de vie en fatigue. Des modifications en surface des grains austénitiques sont perceptibles dès les premiers cycles de sollicitation cyclique, où au moins 40% des grains sont considérés actifs après seulement 5 cycles. L'activation des grains en surface de la phase γ aura lieu dans les premiers 5% de la durée de vie en fatigue. Seulement une faible quantité des grains ne deviennent actifs qu'à des stades postérieurs de la vie en fatigue. Ceux-ci sont généralement des macles où les marches d'un grain actif voisin se poursuivent dans une autre direction.

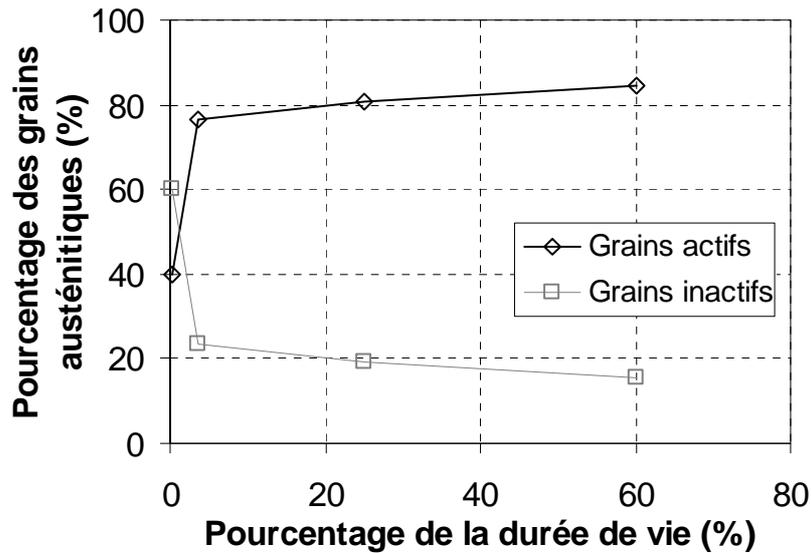


Figure IV.4. Evolution du pourcentage de grains austénitiques actifs en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$ (surface d'analyse $120\mu\text{m}*120\mu\text{m}$).

En accord avec la caractérisation de la surface des grains austénitiques à faible amplitude de déformation, trois morphologies différentes du relief en surface ont été observées tout au long de l'essai de fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$: des lignes de glissement, des extrusions et des marches de morphologie *mixte* qui semblent indiquer l'émergence des extrusions à partir des lignes de glissement déjà existantes.

La figure IV.5 montre l'évolution des morphologies observées en surface des grains d'austénite en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue. Après 5 cycles, le relief des grains actifs est constitué essentiellement de lignes de glissement; néanmoins, des extrusions et du relief dit *mixte* ont été observés en surface de quelques grains austénitiques. Le pourcentage des grains actifs avec des extrusions augmente rapidement avec le nombre de cycles. Ils forment un tiers des grains austénitiques actifs à 3,5% de Nr. A 25% de la durée de vie en fatigue, les grains avec des lignes de glissement représentent moins de 20% des grains actifs austénitiques et les extrusions deviennent la morphologie principale observée en surface. Cette distribution reste quasiment stable pour le reste de la durée de vie en fatigue de l'acier B0A911 à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$. Une petite augmentation des grains possédant des extrusions est observée uniquement à Nr (étude statistique réalisée pour une éprouvette à rupture), celle-ci est liée à l'évolution des grains présentant une morphologie mixte en surface.

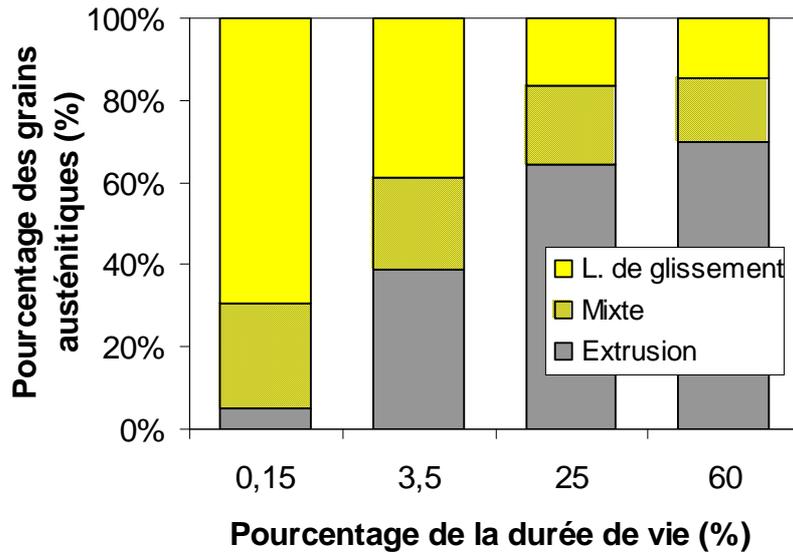


Figure IV.5. Evolution de la répartition des morphologies en surface des grains austénitiques actifs en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).

L'évolution de la surface d'un grain austénitique actif et les détails des types de relief sont représentés en figure IV.6. Au début de l'essai (0,15% de N_r), des lignes de glissement évoquant celles observées en sollicitation monotone semblent servir de lieux préférentiels pour la germination d'une morphologie mixte, qui ensuite donnera naissance aux extrusions, (figure IV.6.a). Après 100 cycles (3,5% de N_r), la densité des marches croît considérablement et une double distribution de hauteur, 24-45nm et 15-20nm, correspondant respectivement aux extrusions et aux marches dites *mixtes* est observée. A 25% de la durée de vie, la distribution des morphologies devient stable et, des extrusions atteignent une hauteur de 75nm. Au-delà de ce pourcentage de la durée de vie en fatigue, la croissance des extrusions est le changement principal en surface des grains austénitiques (quelques extrusions atteignent plus de 100nm à 60% de N_r).

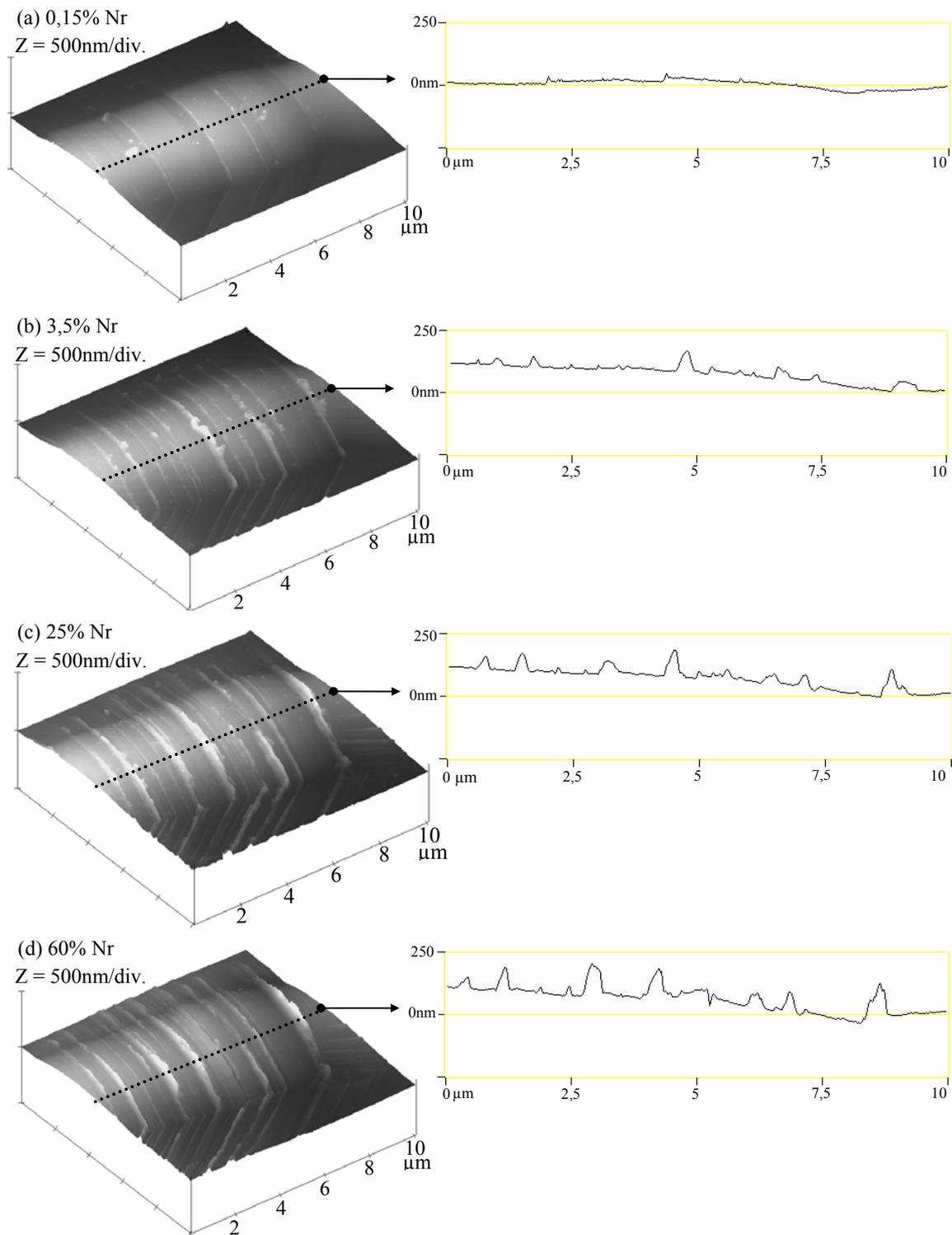


Figure IV.6. Evolution du relief en surface du même grain austénitique en fonction du pourcentage de durée de vie en fatigue à $\Delta\epsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\epsilon_p^a=0,883\%$.

Les extrusions en surface des grains austénitiques après l'essai de fatigue à $\Delta\epsilon_t=1,6\%$, présentent des caractéristiques similaires à celles observées à faible amplitude de déformation

(détaillées en partie III.3.2). Comme présenté en figure IV.6.d, les extrusions sont de type ruban (*ribbon-like extrusions*), de section transversale approximativement triangulaire et certaines présentent une rugosité considérable dans leur partie supérieure. Tout au long de l'extrusion, la hauteur et le profil restent presque identiques à courte distance, mais ils peuvent varier considérablement sur d'importantes distances, surtout à proximité des joints de grain. Malgré une morphologie des marches similaire à bas et à haut niveaux de déformation, une densité de marches plus importante, une distribution des hauteurs déplacée vers des valeurs plus élevées et la présence d'intrusions aux bords de certaines extrusions indiquent un état d'endommagement en surface considérablement plus important pour le matériau sollicité à haut niveau de déformation.

A 60% de la durée de vie en fatigue du matériau testé à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$, un nombre de grains plus important est témoin de l'émergence d'un deuxième système de glissement (20% du total des grains austénitiques actifs au lieu de 10% à 25% de N_f). Les marches correspondant au deuxième système ont été observées systématiquement au voisinage des joints de grain et ont une morphologie de lignes de glissement qui n'évolue pas à des durées de vie supérieures.

Finalement, le profil de plusieurs extrusions a été déterminé par AFM (direction de balayage de la pointe perpendiculaire à l'extrusion), afin d'étudier l'évolution de la hauteur d'extrusion (δ) en fonction du nombre de cycles en fatigue (figure IV.7). Après une croissance rapide durant les 5% de la durée de vie du matériau (pas détaillé sur la figure), la hauteur des extrusions augmente linéairement durant la sollicitation cyclique.

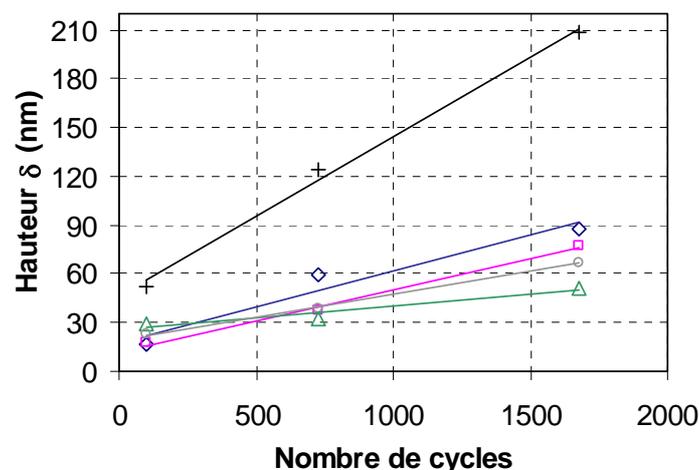


Figure IV.7 Hauteur de différentes extrusions en surface de grains austénitiques en fonction du nombre de cycles en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).

IV.3.2. Caractérisation et évolution de la rugosité en surface des grains ferritiques

L'évolution du relief en surface des grains α est beaucoup plus complexe et variée que celle observée dans l'austénite. Contrairement à l'analyse présentée dans la partie précédente, chaque zone de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$ choisie, semble avoir une évolution en surface particulière, en terme d'activation de grains en surface, de morphologies et même en termes de localisation du relief à l'intérieur des grains actifs de ferrite.

De manière générale, l'activité en surface après 5 cycles ($0,15\% N_r$) est faible, le nombre de grains α considérés actifs est inférieur à 25% du total des grains analysés dans trois des quatre zones de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$. Les lignes de glissement sont la seule morphologie observée en surface et systématiquement l'angle de ces marches avec l'axe de chargement se trouve entre 70° et 90° . Les lignes de glissement observées, à ce pourcentage de la durée de vie, correspondent au *type F* détaillé dans l'étude en traction monotone (II.2.2.1). Elles sont irrégulières et de trajectoires sinueuses et sont situées à l'intérieur des grains. La surface des grains ferritiques après 3,5% de la durée de vie en fatigue, présente une faible évolution par rapport à l'état de la surface observée après $0,15\%$ de N_r . Des lignes de glissement rectilignes à proximité des interphases α/γ (*type A*, partie II.2.2.1), en complément de celles observées dans l'étape précédente (*type F*), caractérisent le relief généré en surface après 100 cycles ($3,5\% N_r$). L'émergence occasionnelle d'extrusions compactes et de hauteur assez régulière (hauteur comprise entre 17 et 26 nm), similaires à un type d'extrusions observé en surface d'un acier inoxydable ferritique après sollicitation cyclique [Man 2004], et nommées « *band-like extrusions* », a été observé de manière isolée à l'intérieur de quelques grains ferritiques (moins de 25% du total des grains analysés).

La ferrite semble devenir vraiment active, en terme de génération d'une rugosité importante, seulement après 25% de la durée de vie en fatigue de l'acier duplex B0A911. Un relief témoin d'une activité cyclique est observé dans un nombre important de grains considérés inactifs dans les étapes précédentes ($0,15\%$ et $3,5\%$ de N_r) ou actifs mais uniquement avec des lignes de glissement. A ce stade de la sollicitation cyclique, trois morphologies différentes ont été principalement observées en surface des grains ferritiques:

- Des extrusions de type bande, similaires à celles observées à $3,5\%$ de N_r (figure IV.8.a).

- Des extrusions de type corde montrées en figure IV.8.b (également observées en surface des aciers ferritiques [Man 2004] et appelées *cord-like*), qui suivent une trajectoire ondulée et sont caractérisées par une surface rugueuse et fractionnée, où des intrusions superficielles peuvent être observées dans la partie supérieure.
- Des zones avec une rugosité considérable située au voisinage des interphases. Indépendamment du type d'extrusion, la hauteur maximale, mesurée perpendiculairement à la surface (δ), varie entre 40 et 50nm.

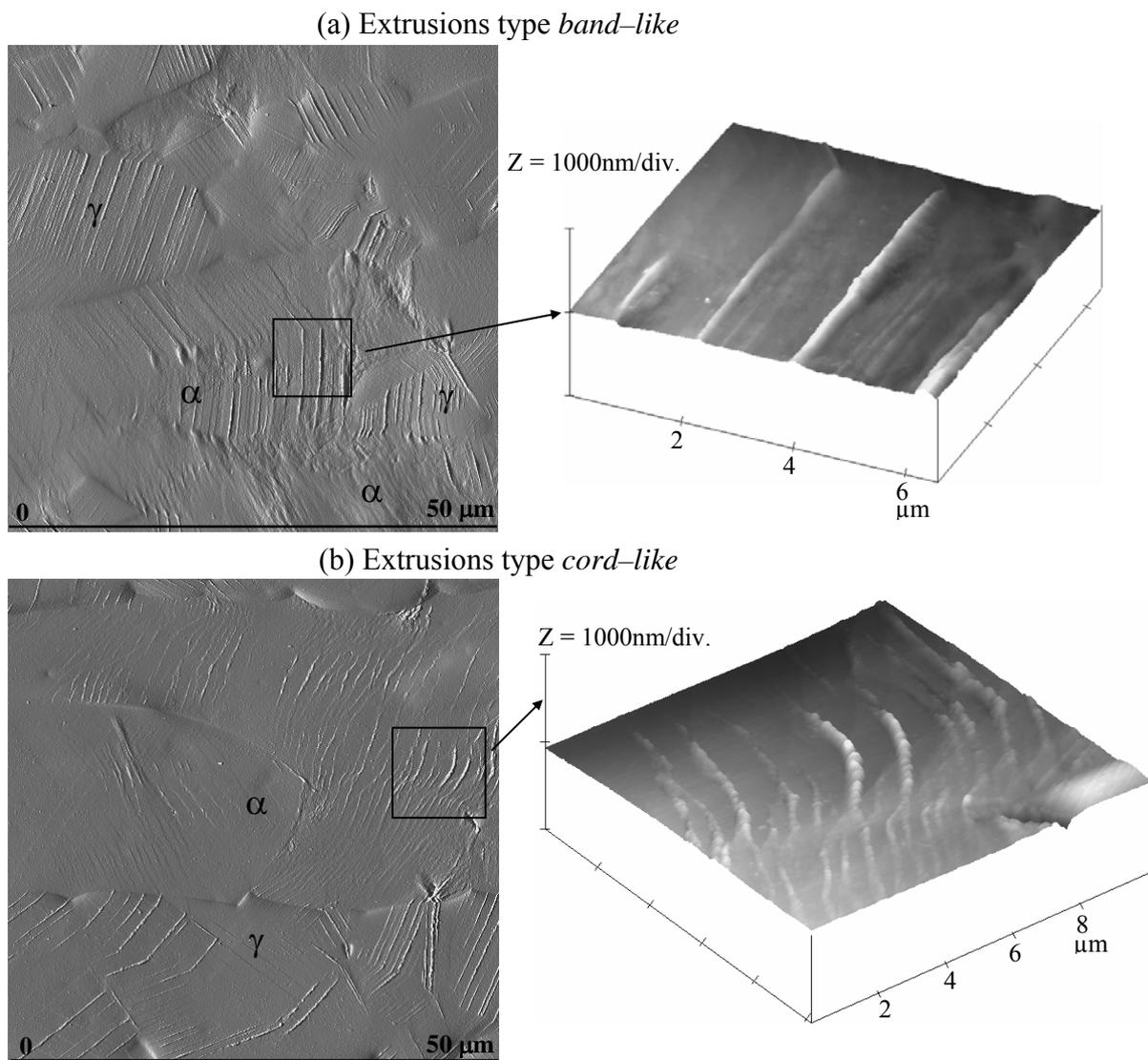


Figure IV.8. Images AFM en mode erreur et représentation 3D des extrusions type *band-like* (a) et des extrusions type *cord-like* (b) en surface des grains ferritiques après sollicitation cyclique à $\Delta\epsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\epsilon_p^a=0,883\%$).

Concernant l'évolution des deux types d'extrusions observés en surface des grains ferritiques, leur croissance semble s'arrêter après de 25% de la durée de vie en fatigue (figure IV.9). Ce phénomène est lié à un chevauchement des extrusions et des zones avec une surface « froissée » (ou diffuse) évoquant l'étape initiale des zones *HR* (haute rugosité), observée à 60% de N_r (carré blanc dans la figure IV.9.b).

Après 60% de la durée de vie en fatigue, au moins 80% des grains ferritiques analysés sont considérés actifs. Néanmoins, le développement du relief en surface de la phase ferritique continue à être irrégulier et plutôt localisé (figure IV.9.b), même à l'intérieur d'un grain, où il est possible de trouver des zones avec un état de rugosité en surface très avancé à côté de zones sans aucun changement.

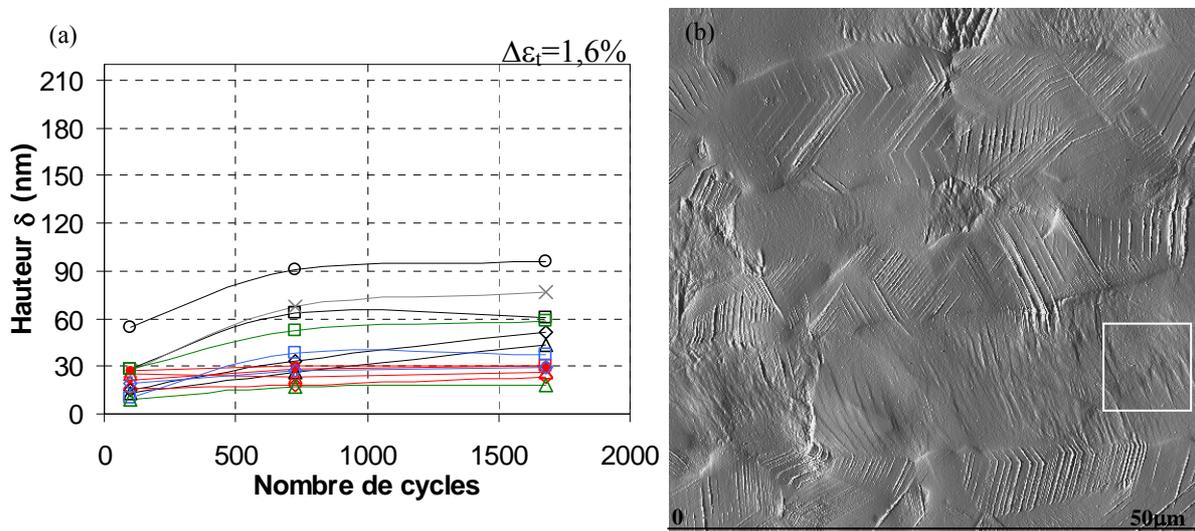


Figure IV.9. (a) Hauteurs des différentes extrusions en surface des grains ferritiques en fonction du nombre de cycles à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$). (b) Zone 2 après 60% de la durée de vie en fatigue. Exemple de chevauchement d'extrusions (carré blanc).

Malgré la présence en surface de toutes les morphologies observées dans les étapes précédentes, les zones de haute rugosité (appelées *zones HR* par la suite) constituent le type de relief prédominant à ce stade de la durée de vie en surface des grains ferritiques. Comme le montrent les figures IV.10.a et IV.10.b, les zones HR sont formées par un système de crêtes et vallées avec une périodicité très faible, qui semblent suivre la même direction (double flèche en figure IV.10.a). Polak et al [Man 2004] attribuent la formation d'un type de relief similaire observé dans l'acier ferritique X10CrAl24, à l'activation d'au moins deux systèmes de glissement. Les zones HR sont localisées fréquemment près des interphases α/γ et occupent

rarement la totalité du grain concerné. La différence de hauteur entre crêtes et vallées peut atteindre des valeurs supérieures à 100nm et les valeurs maximales ont été mesurées à proximité des grains austénitiques voisins présentant une activité considérable en surface.

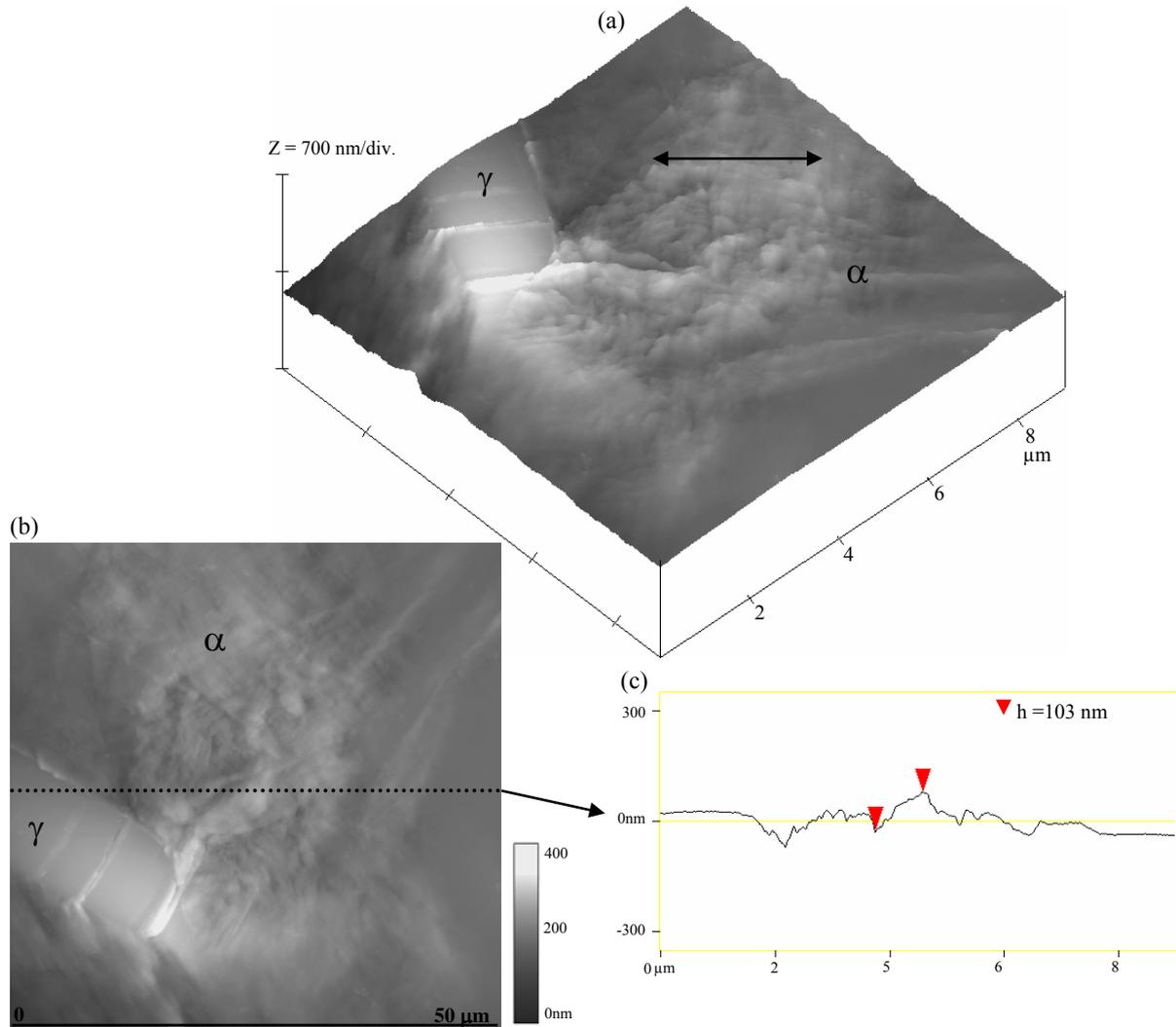


Figure IV.10. Images AFM d'une zone de haute rugosité (*HR*) en surface d'un grain ferritique, (a) représentation en 3D, (b) image en mode hauteur, (c) profil détaillé de la ligne pointillée ($\Delta\epsilon_t=1,6\%$, $\Delta\epsilon_p^a=0,883\%$, $N/N_f=60\%$).

En complément des observations concernant l'évolution de la rugosité en surface des grains ferritiques, un décalage (marche) important au niveau des joints de grains α/α est observé dans plusieurs paires de grains ferritiques, à partir de 25% de la durée de vie en fatigue (figure IV.11).

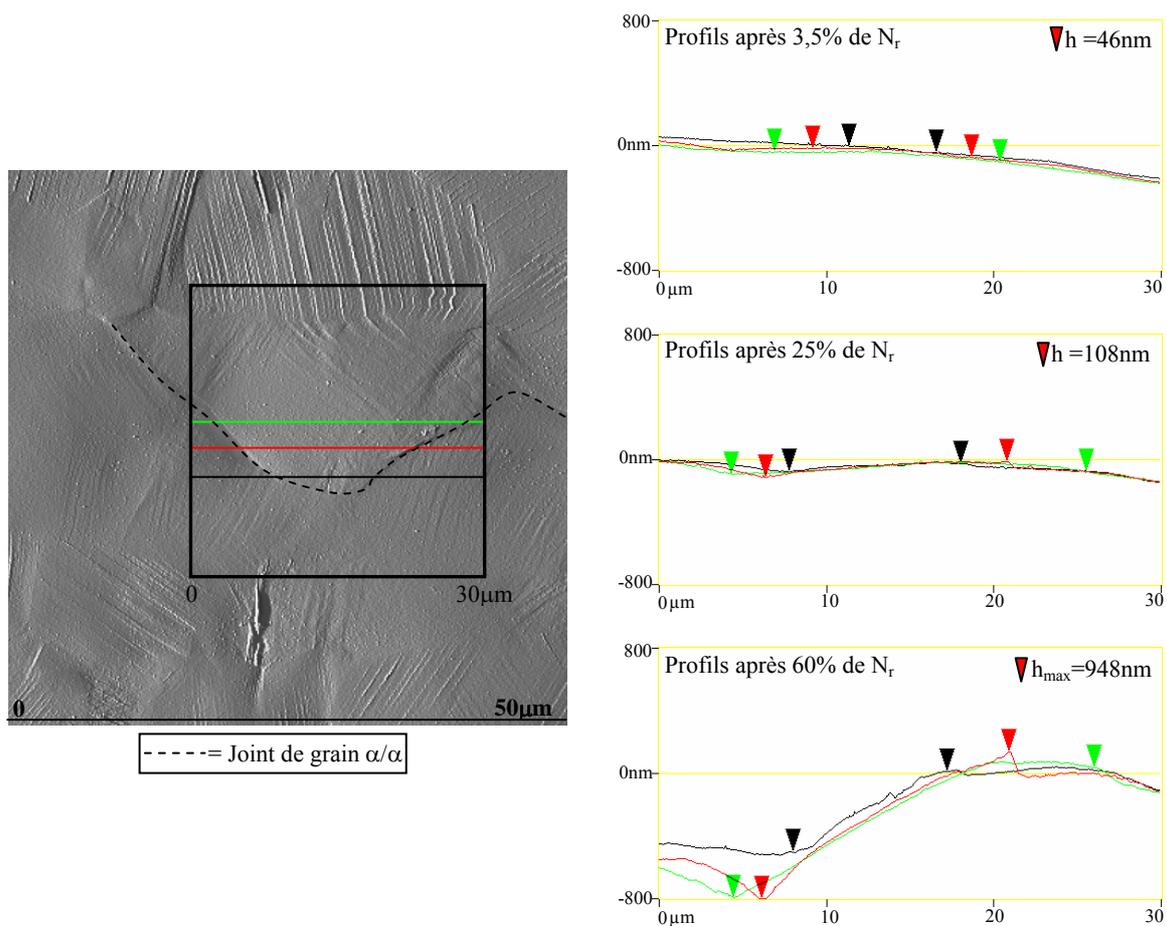


Figure IV.11. Image AFM mode erreur et profils à 3,5%, 25% et 60% de la durée de vie en fatigue ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$, $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$) indiquant le décalage entre deux grains ferritiques.

Dans les paragraphes précédents, une description globale de l'évolution du relief en surface dans la phase ferritique de l'acier duplex B0A911, durant une sollicitation cyclique à haut niveau de déformation, a été présentée. Cependant, des différences remarquables de l'activité en surface dans cette phase ont été trouvées en fonction de la zone étudiée. La figure IV.12 montre que l'évolution du pourcentage des grains ferritiques actifs et inactifs pendant la sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ change de manière considérable selon la zone de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$ analysée. Dans la zone 2 (îlots austénitiques de largeur faible et assez proches), la totalité des grains de ferrite est considérée active avant 30% de la durée de vie en fatigue. Par conséquent, la distance entre les îlots austénitiques semble agir sur l'activation en surface des grains ferritiques (zone 1 et 2). Dans le cas où la distribution des phases est plus aléatoire (zone 3 et 4), l'activation des grains ferritiques se fait de manière progressive, sans jamais atteindre la totalité des grains. *Concernant le relief en surface, la disposition des phases semble donc avoir une influence marquée sur l'activation des grains ferritiques.*

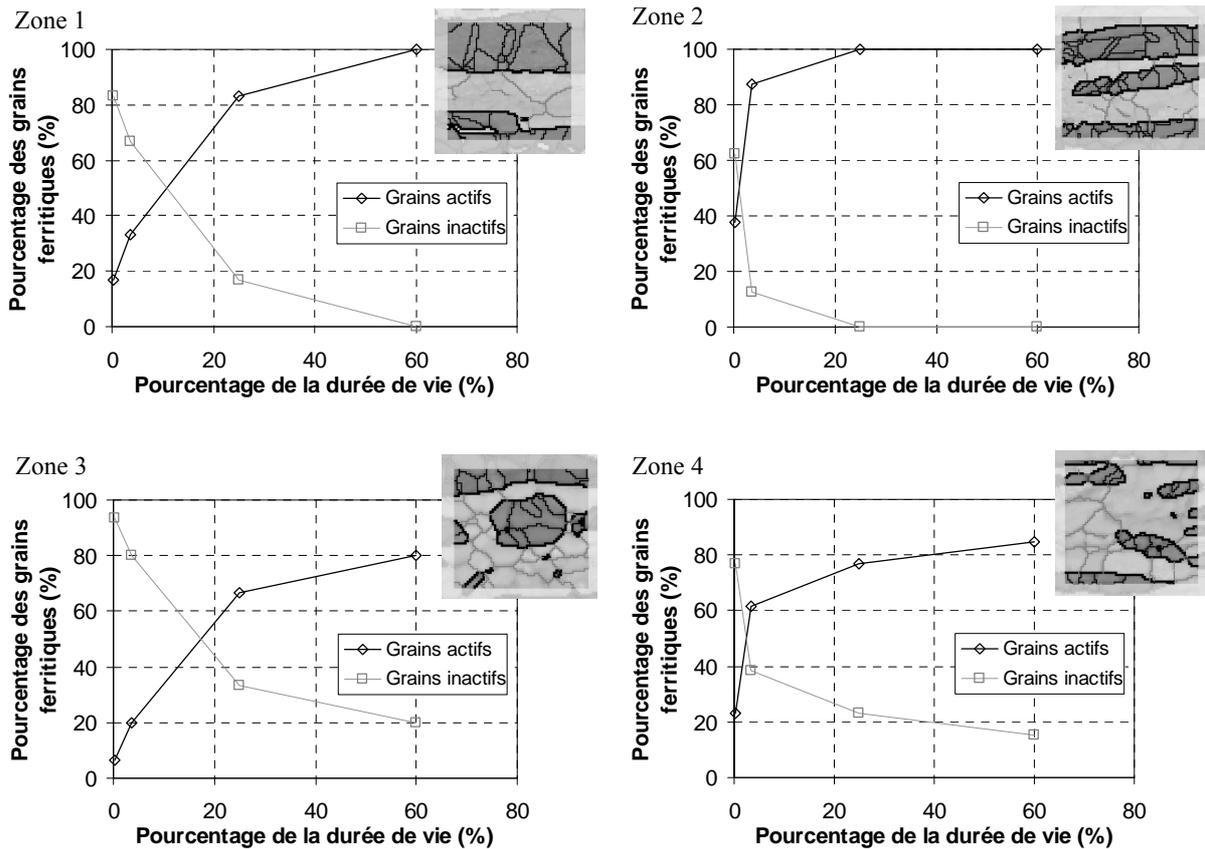


Figure IV.12. Evolution de l'activation des grains ferritiques en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$) dans chacune des zones de $60\mu\text{m}\times 60\mu\text{m}$.

De manière cohérente avec l'activation des grains ferritiques en surface, *la présence et l'évolution des différentes morphologies pendant la sollicitation cyclique semblent être aussi altérées par la disposition des phases aux proximités du grain ferritique concernées.* La comparaison des zones 1 et 2 en figure IV.13, illustre que la distance entre les îlots d'austénite, ainsi que leur taille, semblent être des paramètres d'importance dans l'évolution des différentes morphologies de surface des grains ferritiques. Concernant la zone 2, les différentes morphologies observées en surface évoluent plus rapidement (présence de zones *HR* dans la moitié et dans trois quarts des grains actifs après, respectivement 25% et 60% de la durée de vie) en comparaison des morphologies observées en zone 1 (qui présente des îlots de largeur plus importante et séparés par une distance supérieure par rapport à la zone 2). Dans la zone 1, aucune morphologie témoignant de l'activité cyclique irréversible n'est observée avant 25% N_f et aucun des grains actifs ne présente des zones *HR* même à 60% de N_f . La zone 3, avec une distribution de phases aléatoire, présente une évolution des morphologies progressive, tout comme l'évolution de l'activation des grains.

Enfin, les morphologies en surface des grains de la zone 4 (figure IV.13) évoluent très rapidement au cours des premiers pourcentages de la durée de vie jusqu'à se stabiliser à 25% de N_r , où la totalité des grains actifs de ferrite présentent des morphologies témoins de la déformation plastique cyclique. Ces résultats supposent une participation de la phase ferritique plus rapide et plus importante, en terme d'accommodation de la déformation plastique cyclique en surface, dans des endroits qui présentent, localement, une différence dans la distribution des phases de l'acier duplex. Malgré cette rapide évolution des morphologies, la proportion constante de grains avec HR de 25% à 60% de la durée de vie en fatigue peut être attribuée dans ce cas (zone 4), à l'existence moins importante d'interphases α/γ , du fait de la présence de la phase ferritique en fraction considérablement plus importante.

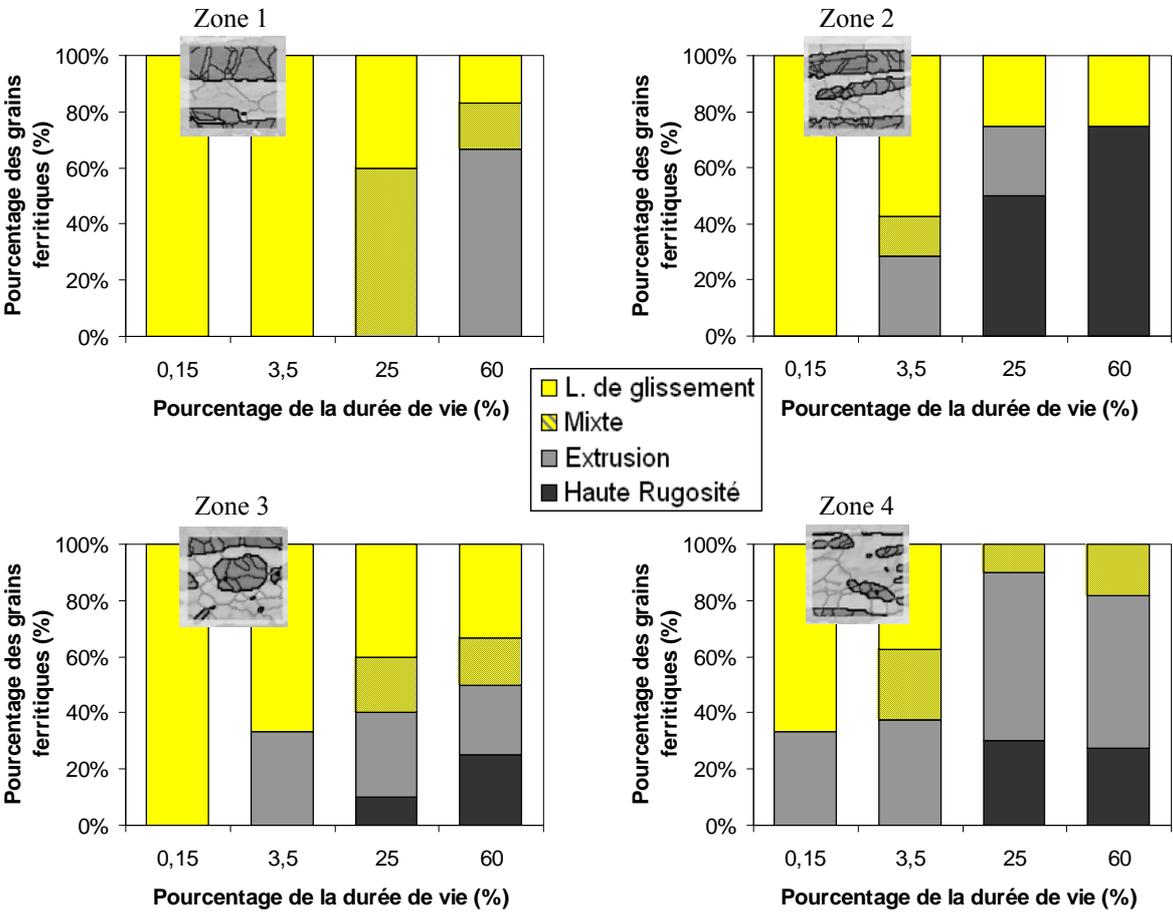


Figure IV.13. Répartition des morphologies en surface des grains ferritiques actifs dans chacune des zones de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$ en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à

$$\Delta\epsilon_t = 1,6\% \quad (\Delta\epsilon_p^a = 0,883\%).$$

IV.3.3. Aspects cristallographiques

L'identification des systèmes de glissement dans la phase austénitique est en accord avec les observations réalisées dans les parties antérieures et vérifient que *l'activité de la déformation plastique dans les grains d'austénite d'un acier duplex à fraction de phases équivalente, dépend principalement de ces mécanismes de glissement intrinsèques et de ces caractéristiques cristallographiques* [Girones 2004]. Pour chaque trace observée en surface, le plan identifié est en relation avec une direction associée au facteur de Schmid le plus élevé. Systématiquement, tous les grains austénitiques actifs qui présentent des extrusions bien définies sont liés à un système de glissement avec un indice de Schmid (μ) supérieur à 0,4. Seul un nombre très restreint de grains avec $\mu < 0,37$ sont considérés comme « actifs » et présentent uniquement des lignes de glissement ou marches de morphologie mixte peu développées.

Concernant la ferrite, à cause de la trajectoire irrégulière des lignes de glissement et des extrusions caractérisées en surface, la mesure de l'angle des marches avec l'axe de chargement n'est pas précise. Par conséquent, l'identification des systèmes de glissement est beaucoup plus difficile par cette méthode, parfois très ambiguë (au moins deux systèmes sont souvent reliés à la même trace en surface). Dans divers grains actifs où le plan préférentiel a pu être identifié, les morphologies témoins de la déformation plastique cyclique sont associées à des systèmes de glissement avec un facteur de Schmid assez faible ($\mu < 0,3$). *De ce fait, le facteur de Schmid semble ne pas être le seul paramètre qui détermine l'activité plastique en surface des grains ferritiques* [Girones 2004]. Ces résultats sont en cohérence avec l'analyse mésoscopique présentée (activation et morphologies en surface) et supportent l'hypothèse sur l'importance de paramètres microstructuraux, comme la disposition des phases et l'activité dans les grains voisins, dans l'activité plastique en surface des grains ferritiques de l'acier duplex B6A911.

IV.4. Discussion

L'observation systématique de l'évolution du relief dans la phase austénitique de l'acier B6A911 soumis à une sollicitation cyclique à haute amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a= 0,883\%$), comporte d'importantes similitudes avec les mécanismes d'accommodation plastique et l'endommagement en surface d'un acier inoxydable austénitique fortement allié à l'azote (0,5%N, appelé superausténitique) [Heino 2001]. Du fait de la teneur élevée en azote (N=0,25%), l'austénite de l'acier duplex B6A911 se déforme par glissement planaire des dislocations, mécanisme analogue à celui observé dans l'acier superausténitique. En ce qui concerne la formation du relief dans la phase γ de l'acier duplex, les caractéristiques des extrusions, ainsi que leur distribution sont aussi en accord avec les observations réalisées par [Heino 2001]. Des similitudes importantes, en terme d'évolution de la rugosité en fonction de la durée de vie en fatigue, ont été également trouvées avec l'acier austénitique monophasé 316L [Man 2002; Villechaise 2002; Man 2003], et ceci malgré la différence de structures de dislocations observées dans les deux matériaux après sollicitation cyclique (glissement dévié, formation de PSB dans l'acier austénitique).

Comme observé dans les aciers austénitiques, la présence des extrusions seulement après 5 cycles montre une rapide localisation du glissement en surface (*cyclic slip localisation*) de la phase austénitique de l'acier duplex B6A911. L'activation des grains austénitiques en surface aura lieu durant les premiers 5% de la vie en fatigue et la majorité des extrusions seront formées avant 25% de N_f . Un relief témoin de la déformation plastique cyclique est observé dans plus de 80% des grains austénitiques actifs, après 60% de la durée de vie en fatigue. Le relief en surface est composé principalement d'extrusions de type ruban, de trajectoire rectiligne et de section transversale approximativement triangulaire. A l'exception d'une croissance rapide durant les premiers 5% de la durée de vie du matériau, une croissance linéaire de la hauteur de ces extrusions est observée en fonction du nombre de cycles, pour le reste de l'intervalle de la durée de vie analysée. En complément, l'identification des systèmes de glissement observés en surface est en accord avec les systèmes de glissement préférentiels selon l'orientation particulière de chaque grain (facteur de Schmid). Tous ces arguments permettent d'affirmer *qu'à haute amplitude de déformation, l'accommodation de la déformation plastique en surface dans la phase austénitique des aciers inoxydables duplex*

ne semble pas être directement affectée par des paramètres microstructuraux, comme la distribution des phases et l'activité des grains ferritiques voisins. Cette phase gardera donc son comportement caractéristique de déformation plastique pendant la totalité de la vie en fatigue.

A forte amplitude de déformation, les arrangements de dislocations et la rugosité générée en surface des grains austénitiques, présentent des caractéristiques similaires à ceux détaillés à faible amplitude. Des arrangements planaires plus denses en dislocations, ainsi qu'une densité des marches témoins de la déformation cyclique et une distribution des hauteurs vers des valeurs plus importantes confirment un processus de déformation plastique plus intense dans la phase austénitique de l'acier duplex sollicité à forte amplitude.

Concernant la ferrite de l'acier B0A911, la rugosité générée en surface après 5% de la durée de vie en fatigue est presque négligeable, des lignes de glissement évoquant une sollicitation monotone et des extrusions type bandes très isolées sont les seules morphologies observées à ce stade de la durée de vie. Malgré la haute résolution de l'AFM, l'activité en surface témoin de la sollicitation cyclique est seulement observée après 25% de N_f (730 cycles). Par conséquent, le début de la localisation du glissement en surface des grains ferritiques s'effectue entre 5% et 25% de la durée de vie. Trois morphologies témoins de la déformation plastique irréversible ont été observées dans la ferrite à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a= 0,883\%$): des extrusions compactes type *bande*, des extrusions irrégulières type *corde* et des zones de haute rugosité (*HR*). La hauteur moyenne des extrusions reste la même à partir de 25% de la durée de vie, ce qui fait des zones *HR* la morphologie prédominante et la plus développée à 60% de N_f . En accord avec les observations récentes faites par corrélation d'images numériques et mesures de champs de déformation dans un acier duplex (40% γ -60% α) sollicité en fatigue oligocyclique [El Bartali 2007] un déplacement considérable est observée dans plusieurs joints de grains α/α . L'ensemble de ces observations en surface permettent d'affirmer que dans *la phase ferritique d'un acier duplex en sollicitation cyclique à forte amplitude de déformation, les zones HR à l'intérieur des grains et le décalage observé dans les joints de grains α/α constituent les deux sites préférentiels pour la germination des fissures.*

L'évolution du relief en surface des grains ferritiques de l'acier duplex montre des différences importantes par rapport aux observations réalisées par Polak et al [Man 2004] sur l'acier inoxydable ferritique X10CrAl24. Trois différences importantes peuvent être mentionnées :

- Le retard dans l'émergence d'un relief témoin de la déformation cyclique irréversible (localisation du glissement en surface). Dans les aciers monophasés ferritiques la présence des extrusions est observée dès les premiers cycles de sollicitation (après 0,15% de N_r cycles).
- Une densité des extrusions relativement faible dans la phase ferritique de l'acier duplex à l'amplitude de déformation imposée ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$), pouvant être lié aux structures de dislocations. Comme le montrent les micrographies MET (figure IV.14) sur des échantillons prélevés à cœur du matériau à mi-durée de vie et après rupture, la structure en matrice (veines+canal) dans laquelle des PSB sont occasionnellement observées, constitue la configuration typique des arrangements de dislocations.

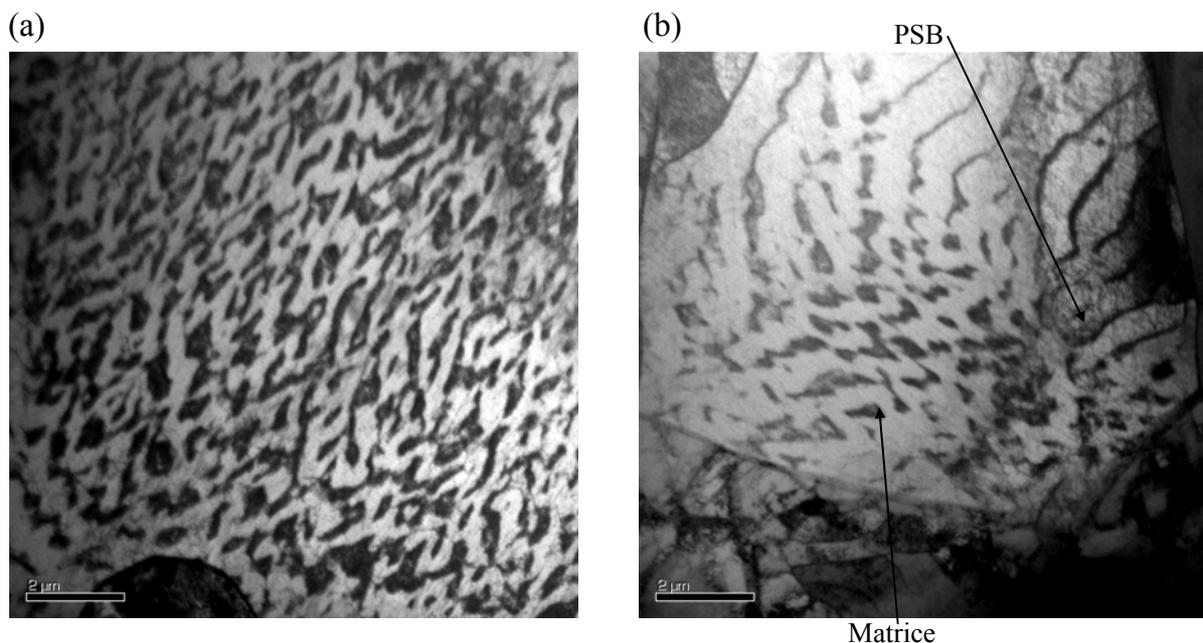


Figure IV.14. Structures des dislocations dans les grains ferritiques de l'acier duplex B0A911 après rupture (N_r) en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$. (a) Structure en matrice, (b) matrice + PSB.

- L'arrêt complet de la croissance des extrusions en surface des grains ferritiques de l'acier duplex, alors qu'une croissance continue est observée dans l'acier monophasé (malgré une diminution progressive de la vitesse avec l'augmentation du nombre des cycles) [Polak 2003].

Ces différences, couplées aux aspects cristallographiques détaillés précédemment, indiquent qu'à forte amplitude de sollicitation cyclique, le processus d'accommodation plastique

irréversible en surface de la phase ferritique de l'acier duplex, ne résulte pas uniquement de sa réponse intrinsèque. Contrairement au comportement de l'austénite, ce processus semble être très affecté par des paramètres externes, comme la disposition des phases (α et γ) et l'activité des grains voisins ou phase voisine.

En accord avec l'analyse réalisée dans les quatre zones de $60\mu\text{m} \times 60\mu\text{m}$, une étude statistique (dans une zone de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$) a été réalisée en surface du même acier duplex sollicité à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ jusqu'à rupture, les zones *HR* (morphologie prédominante et plus développée en surface des grains α) sont fréquemment localisées à proximité des interphases α/γ , où le grain austénitique voisin est systématiquement actif avec des extrusions considérablement développées (exemple en figure IV.15).

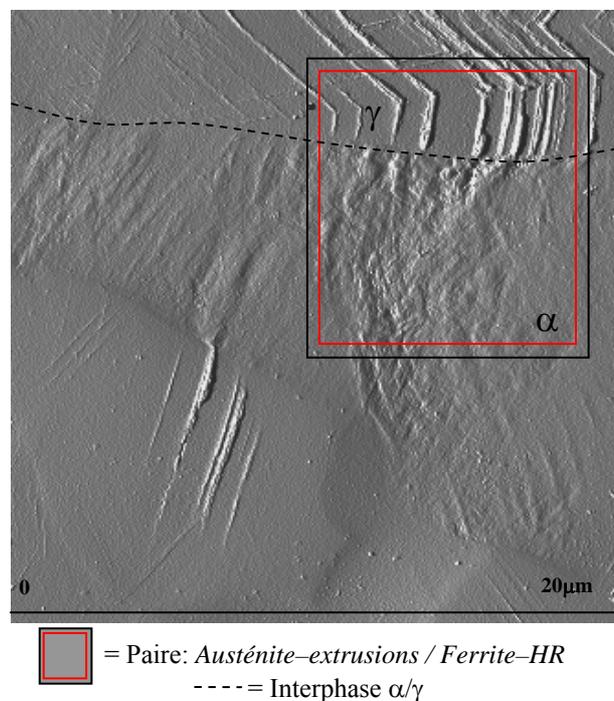


Figure IV.15. Image AFM mode erreur montrant un exemple d'une zone HR située à côté d'un grain austénitique actif en surface après sollicitation cyclique ($\Delta\varepsilon_p^a = 0,883\% - 60\% N_r$).

De ce fait, *l'activité de la déformation plastique irréversible d'un grain ferritique peut être affectée de manière significative par l'activité de son grain voisin austénitique*. Un état de contrainte très élevé dans l'interphase α/γ généré par les extrusions- γ provoque l'activation des différents systèmes de glissement à proximité du grain austénitique (spécialement au bout des extrusions) et par conséquent une activité de déformation plastique considérable dans le

grain ferritique. Comme proposé par Mateo et al [Mateo 2003], pour des contraintes supérieures à la limite d'endurance, un transfert de charge a lieu de l'austénite vers la ferrite; et le glissement dévié distinctif de ce dernier, en comparaison du caractère réversible du glissement planaire de la phase austénitique, se traduit par une déformation irréversible plus intense (les zones *HR* en surface). Cependant, l'observation en surface des paires des grains austénite–ferrite caractérisées par des zones de ferrite non déformées au voisinage des grains austénitiques très déformés, montre bien que tous les grains austénitiques ne génèrent pas des *HR* dans les grains ferritiques voisins et que des conditions supplémentaires doivent être remplies pour la génération des zones *HR*.

Plusieurs auteurs [Bugat 2001; Taisne 2006; Alvarez-Armas 2007] soutiennent que les mécanismes de déformation et d'endommagement en surface des matériaux polyphasés peuvent être fortement affectés par les relations d'orientations entre les phases constituantes. De ce fait, afin de détailler l'influence des paires austénite–ferrite dans l'évolution en surface de l'acier duplex B0A911, la compatibilité cristallographique de ces paires a été vérifiée dans l'ensemble des quatre zones étudiées. La relation Kurdjumov–Sachs (K-S) a été souvent utilisée pour évaluer la compatibilité cristallographique de systèmes biphasés CC et CFC, en vérifiant la coïncidence entre les systèmes de glissement primaires de deux cristaux voisins :

$$\{110\}_{cc} // \{111\}_{cfc} \text{ et } \langle 1-11 \rangle_{cc} // \langle 0-11 \rangle_{cfc}.$$

Comme le montre la figure IV.16.a, la relation K–S est remplie si les deux systèmes coïncident ou sont parallèles. La paire est alors considérée comme compatible plastiquement et une transmission *directe* du glissement plastique (dislocations) peut avoir lieu entre les deux phases concernées [Taisne 2006]. Si la relation K–S n'est pas remplie, les deux systèmes sont fortement déviés l'un par rapport à l'autre et les glissement des deux cristaux sont considérés incompatibles (figure IV.16.b).

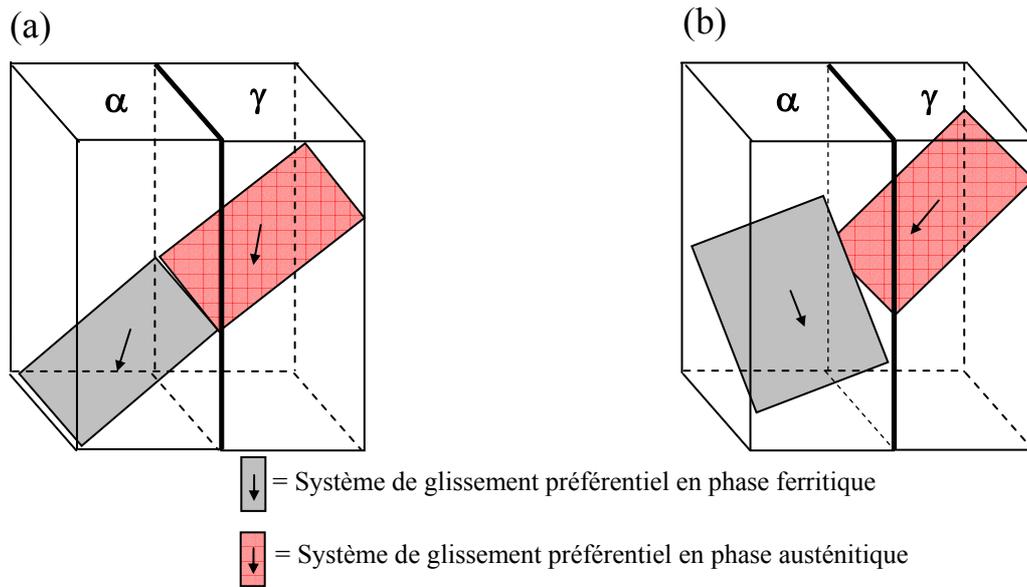


Figure IV.16. Illustration schématique des systèmes de glissement primaires dans une paire de cristaux austénite/ferrite qui vérifient (a) ou non (b) la relation K–S.

En utilisant les données d'orientations cristallographiques acquises avant la sollicitation mécanique par la technique EBSD, les angles entre les deux systèmes de glissement ont été calculés pour toutes les paires ferrite–austénite qui comprennent des grains γ actifs, quelle que soit l'activité du grain voisin α , actif ou non actif. La relation K–S a été considérée comme remplie si les angles (plans et directions) sont inférieurs à 10° .

Cette analyse montre que les zones *HR* dans les grains ferritiques ont été toujours associées à un voisin austénitique avec lequel la relation K–S n'a pas été satisfaite. En accord avec les travaux réalisés par Taisne et al [Taisne 2006] sur l'analyse des mécanismes de déformation par TEM de bi–cristaux d'austénite–ferrite en fatigue propagation, si deux cristaux (austénite et ferrite) ne sont pas compatibles cristallographiquement, une transmission *indirecte* de la déformation plastique peut avoir lieu entre les deux phases. A cause de l'activité d'une des deux phases (austénite dans l'acier B \ddot{o} A911, figure IV.17.a), ce processus implique de fortes concentrations de contraintes dans l'interphase α/γ et, en conséquence, l'activation de sources de dislocations dans la ferrite, sur plusieurs systèmes de glissement (zones HR en figure IV.17.a). Un phénomène de *réflexion* [Taisne 2006] peut avoir lieu dans le grain austénitique actif, traduisant une déformation encore plus intense.

En revanche, dans les paires austénite–ferrite où la relation K–S est remplie, les grains ferritiques ne présentent aucun changement en surface ou une légère continuité des marches

provenant de l'austénite (transmission *directe*) à proximité de l'interphase α/γ (figure IV.17.b). Une mention spéciale doit être faite pour les paires où les plans correspondant aux systèmes préférentiels sont parallèles mais où les directions restent déviées. Cette configuration semble agir en atténuant la zone HR, probablement du fait d'une diminution de la concentration des contraintes générée dans l'interphase α/γ .

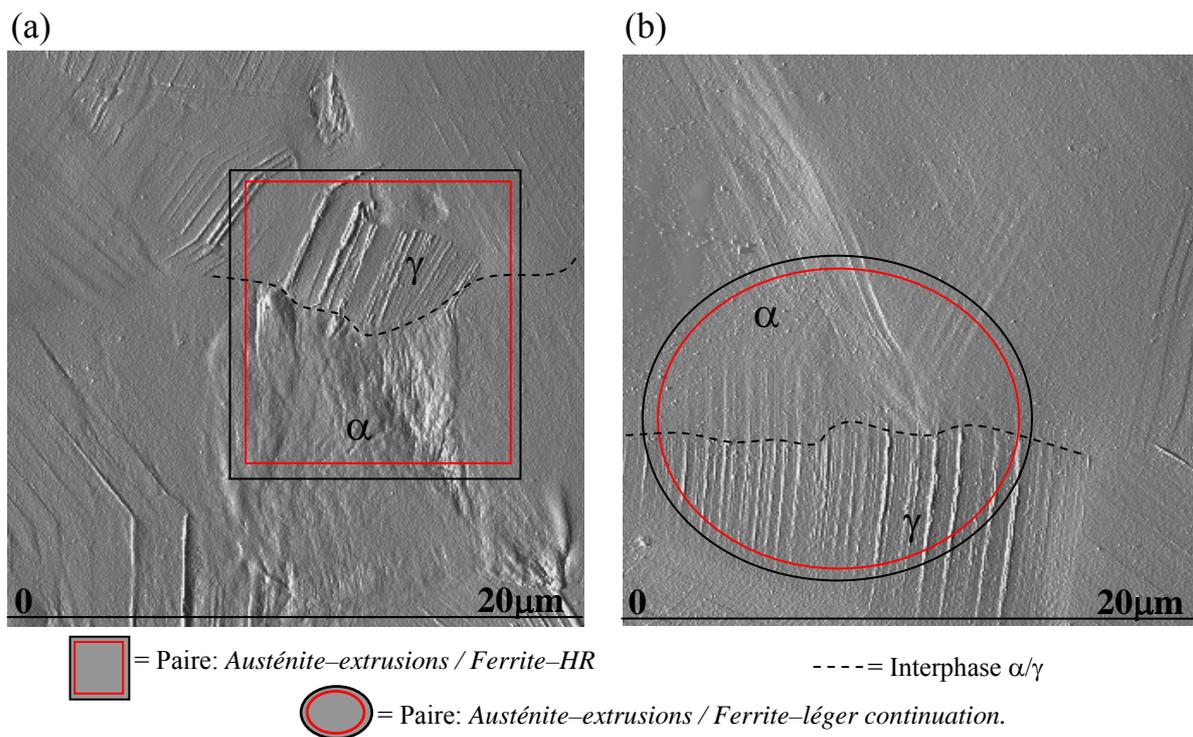


Figure IV.17. Images AFM mode erreur d'une paire α - γ ($\Delta\varepsilon_p^a = 0,883\%$ - $N/N_r = 60\%$) où la relation K-S n'est pas satisfaite (a), où la relation K-S est satisfaite.

En conséquence, *une activité plastique irréversible intense dans les grains austénitiques voisins et la non compatibilité cristallographique (d'après la relation Kurjumov-Sachs) entre les grains ferritiques et les grains austénitiques concernés, sont deux conditions qui permettent la génération des zones HR et la création de sites préférentiels pour la nucléation de fissures dans les interphases α/γ* [Alvarez-Armas 2007].

Comme cela est signalé par différents auteurs, *la distribution des phases joue un rôle essentiel dans les propriétés cycliques des aciers inoxydables duplex* [Stolarz 2001; Mateo 2003]. *L'étude de l'évolution en surface présentée précédemment vérifie cette hypothèse, essentiellement dans la phase ferritique.* La figure IV.18 montre quatre paramètres liés à la

distribution des phases qui favorisent l'augmentation de la concentration de contraintes dans les interphases α/γ et contribuent à la formation de zones *HR*.

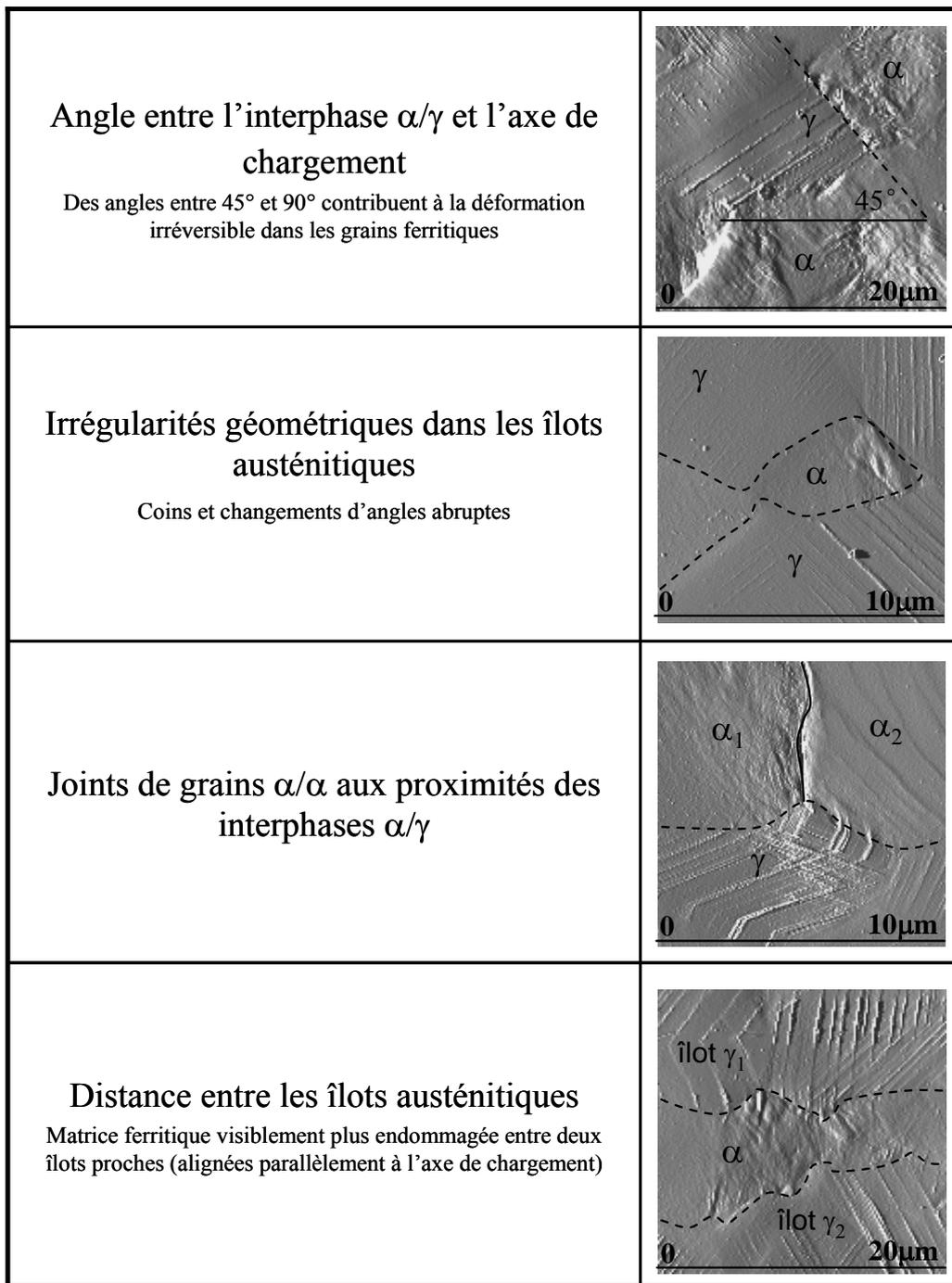


Figure IV.18. Paramètres liés à la distribution des phases qui favorisent la formation des zones *HR* dans les grains ferritiques à proximité des interphases.

Finalement, l'évolution du relief dans les deux phases de l'acier duplex peut être reliée de manière cohérente au comportement macroscopique en terme d'évolution de la contrainte en

fonction du pourcentage de la durée de vie (figure IV.19). Bien que les descriptions du comportement en fatigue existant dans la littérature sont faites une fois le matériau arrivé au régime de contrainte stabilisé (considéré comme représentatif de l'essai), d'après les observations en surface présentées dans ce chapitre, l'activité plastique cyclique de chaque phase de l'acier duplex peut varier considérablement selon le pourcentage de la durée de vie. Par conséquent, il paraît judicieux de ne pas utiliser uniquement le régime stabilisé, pour décrire l'ensemble du processus d'accommodation de la plasticité cyclique subi par un acier duplex à haute amplitude de déformation.

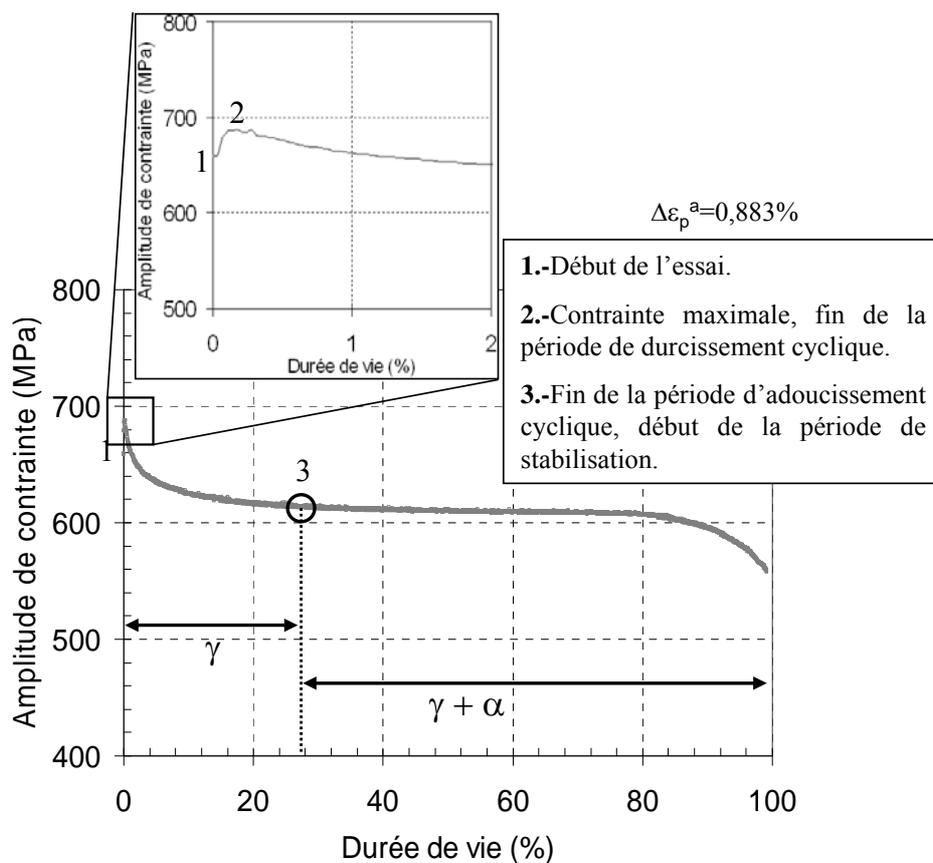


Figure IV.19. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier B0A911 hypertrempé à $\Delta \varepsilon_i = 1,6\%$.

D'après l'évolution de la rugosité, la réponse macroscopique initiale de l'acier semble être reliée exclusivement à la phase austénitique. L'émergence de lignes de glissement dans cette phase même après le premier quart de cycle, montre l'activation des systèmes de glissement dès le début de l'essai (1-2 en figure IV.19). La fin de la période de durcissement cyclique coïncide avec l'émergence des premières extrusions en surface de l'austénite, seule phase

active à ce stade de la durée de vie (2 en figure IV.19). Ces extrusions augmentent en taille et en quantité durant l'adoucissement cyclique (2-3) et c'est seulement une fois la contrainte stabilisée que la ferrite devient appréciablement active en terme de déformation irréversible en surface (3 en figure IV.19). A partir de ce moment, la réponse macroscopique est reliée aux deux phases. L'activité est alors caractérisée principalement par la croissance des extrusions (grains austénitiques), la génération de zones de haute rugosité (*HR*) et la réorientation de grains (phase ferritique).

IV.5. Conclusions du chapitre IV

L'étude de l'évolution en surface par AFM de l'acier duplex B0A911, sollicité à haute amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$) a permis de tirer les conclusions suivantes :

- En terme de relief généré en surface, l'activité observée en surface de l'austénite et de la ferrite, vérifie la participation des deux phases à l'accommodation de la déformation plastique cyclique (réponse *mixte*) des aciers duplex en fatigue oligocyclique. Cependant, pour la variation de déformation étudiée ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$), une partie importante de la rugosité créée en surface des grains ferritiques peut être considérée comme « *induite* » par la phase austénitique.
- En ce qui concerne l'accommodation cyclique (évolution de la contrainte avec le nombre de cycles), les changements en surface au début de l'essai suggèrent que le durcissement–adoucissement initial correspond à une réponse essentiellement austénitique. L'apparition des premières extrusions en surface des grains austénitiques correspond à la fin de la période de durcissement (5 cycles). Toujours en termes de rugosité observée en surface, la contribution de la phase ferritique n'est observée qu'après la stabilisation de la contrainte.
- L'évolution du relief des grains austénitiques est similaire à celle observée dans les aciers austénitiques monophasés, et spécialement dans les nuances fortement alliées à l'azote: les modifications en surface sont observées dès les premiers cycles, conséquence de la localisation rapide de la déformation plastique en arrangements planaires de dislocations; la morphologie prédominante témoignant de l'accommodation de la plasticité cyclique correspond aux extrusions type ruban qui grandissent pendant toute la durée de vie en fatigue ; ces extrusions constituent des sites préférentiels pour la germination de fissures. A haute amplitude de déformation, la phase austénitique conserve donc son comportement caractéristique; ces mécanismes d'accommodation de la déformation plastique au

cœur et les types de relief générés en surface ne sont pas affectés par la matrice ferritique.

- A haute amplitude de déformation, l'activité plastique irréversible en surface des grains ferritiques est fortement influencée par l'activité plastique des grains austénitiques. Les *zones de haute rugosité (HR)* constituent la morphologie prédominante et la plus développée en surface des grains ferritiques. Ces zones, sites préférentiels pour la nucléation des fissures dans la phase ferritique de l'acier duplex BøA911, sont générées à proximité des interphases α/γ , conséquence de la concentration des contraintes, résultat d'une activité en surface importante dans un grain austénitique voisin, et de sa désorientation avec le grain ferritique concerné (relation Kurdjumov–Sachs).
- La distribution des phases peut produire une surconcentration locale des contraintes dans les interphases, favorisant la génération des zones *HR* à certains endroits de la phase ferritique.

Cinquième chapitre

Conclusions

Les objectifs principaux de ce travail étaient d'une part d'examiner le potentiel de la microscopie à force atomique pour l'étude de l'endommagement en fatigue des matériaux biphasés, et d'autre part, d'interpréter les mécanismes de plasticité cyclique d'un acier austéno-ferritique. Notamment, nous nous sommes attachés à étudier le rôle des deux phases d'un acier inoxydable duplex (50% γ -50% α), dans le processus d'accommodation de la déformation plastique, monotone et cyclique, à partir de l'analyse du relief émergeant en surface du matériau.

Initialement, la surface du matériau hypere trempé a été analysée à différentes valeurs de déformation plastique monotone imposée. La participation des deux phases de l'acier duplex au processus de plasticité, quel que soit le niveau de déformation étudié, a été mise en évidence par la caractérisation des lignes de glissement en surface de chaque phase. Cependant, une activité plus importante a été observée dans les grains austénitiques. De plus, ce premier travail a permis d'adopter une méthodologie de préparation et d'analyse de la surface adaptée aux observations par AFM d'aciers biphasés, sollicités mécaniquement.

La partie la plus importante de ce travail a été dédiée au comportement de l'acier duplex en fatigue oligocyclique. La participation de chaque phase à l'accommodation de la plasticité cyclique a été étudiée par l'analyse du relief généré sur une surface représentative du matériau après sollicitation cyclique. Conformément aux régimes de déformation proposés dans la littérature, l'étude en fatigue oligocyclique a été séparée en deux chapitres: à faible amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,044\%$) et à forte amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).

A faible amplitude de déformation, où les travaux précédents proposaient la présence d'un régime exclusivement austénitique, une étude comparative de la surface, entre un acier duplex hypere trempé et le même acier vieilli à 475°C pendant 200 heures, a été réalisée afin d'analyser l'activité de la phase austénitique noyée dans deux « matrices » ferritiques de résistances mécaniques différentes. Une analyse qualitative et quantitative détaillée du relief généré en surface après rupture a été complétée par la mise en place d'un paramètre pour estimer la déformation plastique irréversible en surface, basé lui-même sur les paramètres microstructuraux du matériau et sur l'analyse quantitative réalisée par AFM.

En comparant les deux aciers, les résultats obtenus dans ce chapitre remettent en question la notion d'activité de déformation plastique exclusive de la phase austénitique d'un acier

duplex avec des proportions équivalentes de phases à faible amplitude de déformation. Les caractéristiques du relief dans les grains austénitiques, les différences dans l'estimation de la déformation plastique irréversible en surface, ainsi que la topographie générée dans les grains ferritiques de l'acier hypertrempé, constituent des indicateurs consistants de la participation de la phase ferritique à l'accommodation plastique cyclique de l'acier duplex hypertrempé. De plus, le cas de l'acier vieilli à 475°C illustre bien la « complicité » des deux phases de l'acier duplex, mettant en évidence le fait que la réponse d'une phase, dans un matériau biphasé, est fortement conditionnée par l'état de l'autre.

A forte amplitude de déformation, une étude de l'évolution du relief a été réalisée, dans la même zone, à différentes étapes de la durée de vie en fatigue de l'acier duplex. En accord avec la littérature, la participation de l'austénite et de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique a été vérifiée par l'activité considérable observée en surface des deux phases de l'acier. Cependant, une partie importante de la rugosité créée en surface des grains ferritiques peut être considérée comme « induite » par la phase austénitique. Les zones de haute rugosité (*HR*) illustrent en surface cette influence de la phase austénitique sur l'activité plastique de la ferrite. Elles résultent d'une concentration élevée des contraintes aux interphases α/γ , produit d'une activité importante dans un grain austénitique voisin, de sa relative désorientation par rapport au grain ferritique concerné, et de la disposition locale des deux phases.

Grâce à la haute résolution en trois dimensions de l'AFM, cette étude a également permis de donner plus de précision sur les sites préférentiels d'amorçage de fissures en surface des aciers duplex soumis à de fortes amplitudes de sollicitation: les intrusions–extrusions dans le cas de la phase austénitique; les zones *HR* au voisinage des interphases α/γ et le décalage aux joints de grains α/α en phase ferritique.

La description du comportement cyclique à partir de différents régimes en fonction de l'amplitude de déformation imposée, utilisée pour expliquer le comportement des aciers duplex en fatigue oligocyclique, est basée sur l'évolution des mécanismes d'accommodation de la plasticité cyclique dans chaque phase de façon séparée. Cette description repose sur des méthodes d'analyse très localisée (MET), ou présentant une résolution insuffisante (MEB). De ce fait, la notion de différents régimes (*austénitique* à faible amplitude, *mixte* à forte amplitude et *ferritique* à très haute amplitude) de comportement cyclique semble tenir compte essentiellement de l'activité individuelle de chaque phase de l'acier duplex, sous-estimant

leurs interactions, et risquant ainsi de simplifier de façon excessive la complexité de ce type de matériau.

Les résultats concernant la fatigue oligocyclique qui ont été exposés dans ce travail de thèse, permettent de proposer que le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier duplex hypertrempé peut être vu comme une évolution progressive de l'activité de chaque phase, mais aussi de leurs interactions avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. Ainsi, même à très faible amplitude, malgré une contribution prépondérante de la phase austénitique, les deux phases participent déjà à l'accommodation de la plasticité cyclique. Avec l'augmentation de l'amplitude de déformation, la phase ferritique contribue de plus en plus à l'accommodation de la plasticité cyclique, et à forte amplitude de déformation, la phase austénitique jouera un double rôle, accommodant une partie de la plasticité cyclique et déclenchant une activité supplémentaire dans les grains ferritiques, de sorte que l'ensemble du matériau accommodera la totalité de la déformation imposée.

Pour conclure, ce travail a permis de montrer l'importance de l'analyse de zones représentatives de l'ensemble du matériau (*échelle mésoscopique*), pour la compréhension du comportement mécanique et de l'endommagement des matériaux biphasés. De plus, la nécessité d'utiliser des techniques à haute résolution pour l'analyse des zones de taille considérable, permettant de tenir compte d'une surface plus représentative de l'ensemble du matériau, a été mise en évidence avec la microscopie à force atomique. Ce travail valide le potentiel de cette technique pour l'étude des phénomènes liés à la fatigue, notamment dans le cas des aciers inoxydables duplex.

Perspectives

Ce travail de thèse a permis de caractériser en détail le processus d'endommagement en surface d'un acier inoxydable duplex en fatigue, permettant d'éclaircir les mécanismes de partage et d'interaction de plasticité cyclique d'un acier duplex. La quantification de la contribution des deux phases en termes d'activité plastique, à partir de l'analyse de la surface, a été obtenue exclusivement pour la phase austénitique. Concernant la phase ferritique, la diversité et la complexité du relief en surface, notamment les zones *HR*, rendent plus complexe l'estimation de l'activité plastique, et le modèle utilisé pour la phase austénitique n'est pas adapté. La combinaison des données quantitatives recueillies par AFM, liées à l'étude des champs de déplacements tridimensionnels, pourrait donner de nouvelles idées qui permettraient de tenir compte de toutes les morphologies de surface générées dans la phase ferritique, mais aussi d'ajouter le phénomène de décalage généré dans les joints de grain α/α , dans le modèle d'estimation du partage de plasticité dans l'acier duplex.

Finalement, dans le but ultime de corréler les différents modes et étapes de l'endommagement par fatigue, en vue de générer une loi de durée de vie des aciers inoxydables duplex en fatigue oligocyclique, la microscopie à force atomique semble aussi être un outil très adapté pour l'étude détaillée de la géométrie des fissures et de leur propagation en surface, notamment les mécanismes de plasticité en tête de fissure.

Bibliographie

Aigouy, L., Y. De Wilde et C. Frétiigny. Les nouvelles microscopies, à la découverte du nanomode. Paris: Belin, 2006, 304 p.

Alvarez-Armas, I., M. C. Marinelli, S. Herenu, S. Degallaix et A. F. Armas. On the cyclic softening behavior of SAF 2507 duplex stainless steel. *Acta Materialia*, 2006, 54, 5041.

Alvarez-Armas, I., M. C. Marinelli, J. A. Malarri'a, S. Degallaix et A. F. Armas. Microstructure associated with crack initiation during low-cycle fatigue in a low nitrogen duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 2007, 29, 758.

Armas, A. F., S. Herenu, S. Degallaix, A. Condo et F. Lovey. Temperature influence on the cyclic behaviour of aged and unaged super duplex stainless steels. Duplex 2007, Grado, Italy, 2007. AIM,

Baffie, N., A. Girones, A. Mateo, M. Anglada et J. Stolarz. Influence of interfaces on LCF short crack propagation in the bulk in single phase and in duplex stainless steels. Fatigue 99, 1999.

Bayerlein, M. et H. Mughrabi. The formation of wither tongue- or ribbon-like extrusions in fatigued copper polycrystals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, 39, 1645.

Bernard, M., J. B. Vogt, T. Bui-Quoc et J. I. Dickson. Low-cycle fatigue behaviour and cumulative damage effect of 316L stainless steel at 20°, 427° and 650°C. Fatigue 84, Birmingham, UK, 1984. Engineering materials advisory services, 1029-1038.

Binnig, G., C. Gerber, E. Stoll, T. R. Albrecht et C. F. Quate. ATOMIC RESOLUTION WITH ATOMIC FORCE MICROSCOPE. *Europhysics Letters*, 1987, 3, 1281.

Brown, J. E., P. H. Pumphrey et G. D. W. Smith. Duplex Stainless Steels, France, 1991. 737-746.

Bugat, S., J. Besson, A. F. Gourgues, F. N'Guyen et A. Pineau. Microstructure and damage initiation in duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 317, 32.

Charles, J. Past, present and future of the duplex stainless steels. Duplex 2007, Grado, Italy, 2007. AIM,

Chung, H. M. Aging and life prediction of cast duplex stainless steel components. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 1992, 50, 179.

Coupeau, C., J. C. Girard, J. Grilhe et J. Lepinoux. Statistical analysis of in-situ slip lines by atomic force microscopy observations. *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, 1997, 76, 1139.

Creteigny, L. et A. Saxena. AFM characterization of the evolution of surface deformation during fatigue in polycrystalline copper. *Acta Materialia*, 2001, 49, 3755.

Dickson, J. I., S. Turenne, J.-P. Bailon et J.-B. Vogt. Formation of ribbon -like extrusions and intrusions during the cyclic deformation of copper. *Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials*, Munich, Allemagne, 1987. Elsevier Applied Science, 43- 48.

El Bartali, A., V. Aubin et S. Degallaix. Micromécanismes d'endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable duplex. 18ème Congrès Français de Mécanique, Grenoble, 2007.

Essmann, U., U. Gösele et H. Mughrabi. A model of extrusions and intrusions in fatigued metals, I. Point-defect production and the growth of extrusions. *Philosophical Magazine*, 1981, 44, 405-426.

Ewing, J. A. et J. W. C. Humfrey. The fracture of metals under repeated alternations of stress. *Phil Trans*, 1903, 241-50.

Finney, J. M., C. Laird et R. de la Veaux. Bulk or surface control of cyclic hardening? *Materials Science and Engineering*, 1976, 24, 19.

Forsyth, P. J. E. Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys. *Acta Metallurgica*, 1963, 11, 703.

Frechard, S., F. Martin, C. Clement et J. Cousty. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, 418, 312.

- Gerberich, W. W., S. E. Harvey, D. E. Kramer et J. W. Hoehn. Low and high cycle fatigue--a continuum supported by AFM observations. *Acta Materialia*, 1998, 46, 5007.
- Girones, A., P. Villechaise, A. Mateo, M. Anglada et J. Mendez. EBSD studies on the influence of texture on the surface damage mechanisms developed in cyclically loaded aged duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 387-389, 516.
- Harvey, S. E., P. G. Marsh et W. W. Gerberich. Atomic force microscopy and modeling of fatigue crack initiation in metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1994, 42, 3493.
- Heino, S. et B. Karlsson. Cyclic deformation and fatigue behaviour of 7Mo-0.5N superaustenitic stainless steel--stress-strain relations and fatigue life. *Acta Materialia*, 2001, 49, 339.
- Katagiri, K., J. Awatani et A. Omura. Dislocation structures around the crack tips in the early stage in fatigue of iron. *Fatigue Mechanisms*, Kansas City, U.S., 1979. ASTM, 106-123.
- Lacombe, P. et G. Béranger. Les Aciers Inoxydables. Les Ulis, France: Les éditions de physique, 1990, 1016 p.
- Ladwein, T. et W. Böcker. Kinetics of the formation and dissolution of precipitates in duplex stainless steels. Duplex 2007, Grado, Italy, 2007. AIM,
- Lemaignan, C. La rupture des matériaux. Les Ulis, France: EDP Sciences, 2003, 140 p.
- Llanes, L., A. Mateo, L. Iturgoyen et M. Anglada. Aging effects on the cyclic deformation mechanisms of a duplex stainless steel. *Acta Materialia*, 1996, 44, 3967.
- Llanes, L., A. Mateo, P. Villechaise, J. Mendez et M. Anglada. Effect of testing atmosphere (air/in vacuo) on low cycle fatigue characteristics of a duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 1999, 21, 119.
- Llanes, L., A. Mateo, P. Violan, J. Mendez et M. Anglada. On the high cycle fatigue behavior of duplex stainless steels: Influence of thermal aging. *Materials Science and Engineering A*, 1997, 234-236, 850.
- Magnin, T. et J. M. Lardon. Cyclic deformation mechanisms of a two-phase stainless steel in various environmental conditions. *Materials Science and Engineering*, 1988, 104, 21.

- Man, J., K. Obrtlík, C. Blochwitz et J. Polák. Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 2002, 50, 3767.
- Man, J., K. Obrtlík et J. Polák. Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 351, 123.
- Man, J., M. Petreñec, K. Obrtlík et J. Polák. AFM and TEM study of cyclic slip localization in fatigued ferritic X10CrAl24 stainless steel. *Acta Materialia*, 2004, 52, 5551.
- Marrow, T. J. et J. E. King. Fatigue crack propagation mechanisms in a thermally aged duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 1994, 183, 91.
- Massol, K. Influence of microstructure and environment on the fatigue behaviour of duplex stainless steels. Université des Sciences et Technologies de Lille, France, 2001, 210 p.
- Massol, K., J. B. Vogt et J. Foct. Fatigue behaviour of new duplex stainless steels upgraded by nitrogen alloying. *ISIJ International*, 2002, 42, 310-315.
- Mateo, A., A. Girones, J. Keichel, L. Llanes, N. Akdut et M. Anglada. Cyclic deformation behaviour of superduplex stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 314, 176.
- Mateo, A., L. Llanes, N. Akdut et M. Anglada. High cycle fatigue behaviour of a standard duplex stainless steel plate and bar. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 319-321, 516.
- Mateo, A., L. Llanes, N. Akdut, J. Stolarz et M. Anglada. Anisotropy effects on the fatigue behaviour of rolled duplex stainless steels. *International Journal of Fatigue*, 2003, 25, 481.
- Mateo, A., L. Llanes, L. Iturgoyen et M. Anglada. Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel. *Acta Materialia*, 1996, 44, 1143.
- Menard, M. Effets de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable 316L. Université de Bordeaux I, 2005, 124 p.
- Mura, T. A theory of fatigue crack initiation. *Materials Science and Engineering A*, 1994, 176, 61.

- Nakai, Y., K. Ohnishi et T. Kusakawa. Observations of fatigue slip-bands and stage I crack-initiation process in α -brass using scanning atomic microscopy. *ASTM Special technical publication*, 2000, 122-135.
- Nystrom, M. et B. Karlsson. Fatigue of duplex stainless steel influence of discontinuous, spinodally decomposed ferrite. *Materials Science and Engineering A*, 1996, 215, 26.
- Odin, C., J. P. Aime, Z. El Kaakour et T. Bouhacina. Tip's finite size effects on atomic force microscopy in the contact mode: Simple geometrical considerations for rapid estimation of apex radius and tip angle based on the study of polystyrene latex balls. *Surface Science*, 1994, 317, 321.
- Perdriest, F., T. Magnin, T. Cassange, P. Hoch et F. Dupouiron. Environmental effects on low cycle fatigue behaviour of Z3 CND 2205 duplex stainless steel. Duplex Stainless Steels, Galsgow, Scotland, 1994. TWI Publishing,
- Petrenec, M., J. Polak, K. Obrtlík et J. Man. Dislocation structures in cyclically strained X10CrAl24 ferritic steel. *Acta Materialia*, 2006, 54, 3429.
- Philibert, J., A. Vignes, Y. Bréchet et C. P. Métallurgie, du minerai au matériau. Paris, France: Masson, 1988, 1107 p.
- Polak, J. On the role of point defects in fatigue crack initiation. *Materials Science and Engineering*, 1987, 92, 71.
- Polak, J., F. Fardoun et S. Degallaix. Analysis of the hysteresis loop in stainless steels II. Austenitic-ferritic duplex steel and the effect of nitrogen. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 297, 154.
- Polak, J., T. Kruml et S. Degallaix. Dislocation substructure in fatigued duplex stainless steel. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1993, 29, 1553.
- Polak, J., J. Man et K. Obrtlík. AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation. *International Journal of Fatigue*, 2003, 25, 1027.
- Polak, J., J. Man, K. Obrtlík et T. Kruml. The shape of extrusions and intrusions produced by cyclic straining. *Z. Metallkd*, 2003, 12, 1327-1330.

Reed-Hill, R. Physical metallurgy principles. New York, U.S.: Litton Educational Publishing, 1973, 920 p.

Repetto, E. A. et M. Ortiz. A micromechanical model of cyclic deformation and fatigue-crack nucleation in f.c.c. single crystals. *Acta Materialia*, 1997, 45, 2577.

Roven, H. J. et E. Nes. Cyclic deformation of ferritic steel--I. Stress-strain response and structure evolution. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, 39, 1719.

Speidel, M. O., C. Kowanda et M. Diener. High nitrogen austenitic stainless steels. HNS, Suisse, 2003. ETH, 360.

Stolarz, J. Obstacles à l'endommagement par fatigue des alliages polyphasés (habilitation). Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2000, 95 p.

Stolarz, J. et J. Foct. Specific features of two phase alloys response to cyclic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 319-321, 501.

Taisne, A., B. Décamps et L. Priester. Role of interfaces in duplex stainless steel deformation micromechanisms. *Composite Interfaces*, 2006, 13, 89-102.

Villechaise, P., L. Sabatier et J. C. Girard. On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy. *Materials Science and Engineering A*, 2002, 323, 377.

Vogt, J. B. Principes du comportement cyclique et de l'endommagement par fatigue des matériaux métalliques. Endommagement par fatigue des installations nucléaires, Paris, France, 2000. Société française d'énergie nucléaire, 1-18.

Vogt, J. B. Principes fondamentaux du comportement cyclique et de l'endommagement par fatigue des matériaux métalliques. Endommagement par fatigue des installations nucléaires, Paris, 2000. Société Française d'énergie nucléaire, 3-18.

Vogt, J. B. Fatigue properties of high nitrogen steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 117, 364.

Vogt, J. B., B. Ait Saadi et J. Foct. Analysis of the fatigue dislocation structures in a duplex stainless steel alloyed with nitrogen. *Z. Metallkd*, 1999, 5, 323-328.

Vogt, J. B. et J. Foct. Low cycle fatigue of high nitrogen duplex stainless steels. *Materials Science Forum*, 1999, 318-320, 811-816.

Vogt, J. B., K. Massol et J. Foct. Role of the microstructure on fatigue properties of 475[deg]C aged duplex stainless steels. *International Journal of Fatigue*, 2002, 24, 627.

Vogt, J. B., A. Messai et J. Foct. Factor influencing the low cycle fatigue behaviour of a duplex stainless steel: effect of strain amplitude and nitrogen content. *Duplex Stainless Steels*, Galsgow, Scotland, 1994. TWI Publishing, 11.

Weng, K. L., H. R. Chen et J. R. Yang. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 379, 119.

Xia, Y. B. et Z. G. Wang. Low cycle fatigue behaviour of new type of stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 1992, 151, 29.

Xu, Y. Contribution à l'étude de l'endommagement par fatigue d'alliages biphasés: fatigue-torsion oligocyclique d'un acier inoxydable duplex. Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2005, 189 p.

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Classification des aciers inoxydables selon leur structure cristallographique. ...	20
Tableau II.1. Composition chimique de l'acier B6A911.	71
Tableau II.2. Duret6 Vickers de l'acier B6A911 dans la direction parall6le (SL) et travers (TL et TC) au sens de laminage.	76
Tableau II.3. Mesures de micro-duret6 de l'aust6nite et de la ferrite dans les sens parall6le (SL) et perpendiculaire (TC) au sens de laminage.	76
Tableau II.4. Composition chimique de l'acier UR52N+.	78
Tableau II.5. Evolution des caract6ristiques des bandes de glissement selon les niveaux de d6formation plastique impos6s.	90
Tableau III.1. R6sultats des essais de fatigue oligocyclique 6 $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ pour l'acier B6A911 hypertremp6 (HT) et vieilli 200h 6 475°C (V200).	99
Tableau III.2. Morphologie pr6dominante en surface dans les grains actifs d'aust6nite hypertremp6e (H.T.) et l'aust6nite vieillie (V200), apr6s sollicitation cyclique 6 $\Delta\epsilon_t=0,5\%$	114
Tableau III.3. Distribution moyenne des marches t6moins de la d6formation plastique cyclique 6 la surface des grains aust6nitiques en fonction du nombre de grains actifs et des dimensions des grains concern6s (diam6tre et aire).	117
Tableau III.4. Estimation de la d6formation plastique irr6versible (relation III.7) pour une surface de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$ de l'acier B6A911 vieilli (V200) et hypertremp6 (H.T) apr6s sollicitation cyclique 6 $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).	127
Tableau III.5. Estimation de la d6formation plastique irr6versible dans une surface de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$ de l'acier B6A911 vieilli (V200) et hypertremp6 (H.T), apr6s sollicitation cyclique 6 $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\epsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r) et l'6limination de valeurs aberrantes.	129
Tableau 1. R6sultats des essais de fatigue oligocyclique 6 $\Delta\epsilon_t=0,5\%$ pour l'acier B6A911 hypertremp6 (HT) et vieilli 200h 6 475°C (V200).	114

Liste des figures

Figure I.1. Microstructure de l'acier duplex 25Cr-7Ni-3,54Mo-0,25N (image M.O), élaboré par laminage.	21
Figure I.2 : Diagramme de Schaeffler, structures brutes de solidification obtenues par dépôts des soudures. [Lacombe 1990].....	22
Figure I.3 : Propriétés mécaniques monotones des aciers et de certains matériaux métalliques [Speidel 2003].	23
Figure I.4. Diagramme de Wöhler.	28
Figure I.5. Evolution de la boucle d'hystérésis au cours de l'essai de fatigue oligocyclique pour un acier austénitique 316L testé à 300°C.....	30
Figure I.6. Exemples d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction (a) du nombre des cycles, (b) de la fraction de durée de vie pour un acier duplex forgé 24Cr-5,48Ni-3,27Mo-0,15N [Vogt 1999].	31
Figure I.7. Courbes Mason-Coffin pour divers alliages métalliques[Lemaignan 2003].....	32
Figure I.8. (a) Evolution d'une fissure de dimension la taille de grain par croissance cristallographique et blocage aux joints de grain, (b) formation d'une microfissure par phénomène de coalescence et (c) passage d'une microfissure de surface à une fissure de volume.[Stolarz 2000].....	34
Figure I.9. Structures de dislocations dans le cuivre pur fatigué, (a) phase matrice pour les faibles amplitudes de déformation, (b) structure en échelle des bandes de glissement persistantes [Philibert 1988].	36
Figure I.10. Structure cellulaire de dislocations dans un acier ferritique faiblement allié, régime basse température [Roven 1991].	38
Figure I.11. Relief produit par l'intersection des bandes de glissements avec la surface. (a) En traction, (b) en fatigue. (c) Amorçage de fissures aux extrusions.[Reed-Hill 1973]	39
Figure I.12. Schéma de l'émergence d'une bande persistante de glissement à la surface libre. Les cercles montrent les sites de haute concentration des contraintes.	40
Figure I.13. Courbe d'écrouissage cyclique pour un acier inoxydable duplex 50% α -50% γ . [Mateo 1996].....	44
Figure I.14. Evolution de la substructure suivant la déformation plastique imposée en fatigue dans un acier duplex forgé 24Cr-5,48Ni-3,27Mo-0,15N. [Vogt 1999]. Boucles de dislocations allongées et structures caractéristiques du glissement dans la ferrite (a). Arrangements planaires dans la phase austénitique (b).	45

Figure I.15. Observation en microscopie électronique à balayage de la surface des éprouvettes de fatigue après rupture. Bandes de glissement principalement localisées dans l'austénite à $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ (a). Localisation de la déformation dans les deux phases à $\Delta\varepsilon_t=2\%$ (b) [Massol 2002].	47
Figure I.16. Courbes d'accommodation cyclique pour un acier inoxydable duplex à l'azote avec 0,24% (a) et 0,4%. [Massol 2002]	51
Figure I.17. Effet de l'azote sur la contrainte cyclique des DSS. L'augmentation de la fraction volumique de l'austénite grâce à l'effet γ -gène de l'azote aide à la modération de l'adoucissement cyclique. [Massol 2002]	52
Figure I.18. Courbes Masson-Coffin des aciers duplex avec différents teneurs en azote (BöA920: 0,4%N; BöA911: 0,25%N; UR52N+: 0,25%N). [Vogt 2001].	52
Figure I.19. Courbes d'érouissage cyclique pour un acier duplex 38% d'austénite et avec 0,072% d'azote: hypertrempé (UA); vieilli pendant 25 heures (A25) et vieilli pendant 200 heures (A200). [Llanes 1996].	54
Figure I.20. Courbes de résistance à la fatigue dans les conditions hypere trempée et vieilli pour les aciers duplex UR52N+ (50% γ et 0,25%N) et BöA920 (70% γ et 0,4%N). [Vogt 2002].	55
Figure I.21. Comportement en fatigue endurance d'un DSS hyper-trempé (UA) et vieilli (A200) [Llanes 1997].	56
Figure I.22. Images MO (a), MET (b), MEB (c) et AFM (d) de l'endommagement d'un acier duplex 50% α -50% γ (22%Cr-5-Ni-3Mo-0,15N) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=1\%$ ($\Delta\varepsilon_p=0,458\%$) et jusqu'à rupture.	59
Figure I.23. Représentation schématique d'une petite extrusion (a) et une grande extrusion (b) à la surface libre. [Villechaise 2002].	62
Figure I.24. Schéma de la formation des extrusions à partir d'une PSB, influence de la taille de grain (a). Image 3D montrant extrusion une de type « ribbon-like » dans l'acier 316L fatigué (b) [Man 2002].	63
Figure I.25. Images AFM (3D) du relief en surface de l'acier X10CrAl24 après 2000 cycles à $\varepsilon_{ap}=2 \times 10^{-3}$, extrusions type bande (a) et type corde (b) [Man 2004].	63
Figure I.26. Différences entre le vrai profil d'une marche persistante en surface (PSM) et le profil détecté par la pointe d'AFM (a) à la surface métallique et (b) à la réplique plastique de la surface [Polak 2003].	64
Figure II.1. Image MEB-BSE de la microstructure de l'acier BöA911.	72

Figure II.2. Microstructure de l'acier B6A911 selon la direction du laminage : dans sens du laminage large (SLL), dans le sens du laminage mince (SLM) et dans le sens travers (ST). Images prises par microscopie optique (MO).....	73
Figure II.3. Cartographie EBSD d'une zone représentative de la texture de chaque phase de l'acier duplex B6A911. (a) Phase ferritique en couleurs et phase austénitique en noir, (b) phase austénitique en couleurs et phase ferritique en noir.	75
Figure II.4. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre des cycles (gauche) et de la fraction de durée de vie (droite) pour diverses variations de la déformation imposée pour l'acier B6A911. [Massol 2001]	77
Figure II.5. Microstructure de l'acier UR52N+ (traitement thermique de mise en solution à 1100°C pendant 50 minutes suivi d'une trempe à l'eau).	78
Figure II.6. Schéma d'une éprouvette de traction (dimensions en mm), épaisseur égale à 2mm.	80
Figure II.7. Micrographie par MO (a), MEB-SE (b) et par AFM en mode hauteur (c) de la même zone en surface de UR52N+ après le polissage électrolytique.....	81
Figure II.8. Ensemble du montage de traction.	82
Figure II.9. Schéma de la disposition des images AFM prises pour une zone de 140µm*140µm étudié.	83
Figure II.10. Visualisation par AFM des lignes de glissement en mode « hauteur » (a) et en mode « erreur » (b).....	84
Figure II.11. Image AFM en mode hauteur (3D) montrant des exemples de hauteur des marches de glissement <i>SBH</i> et de l'espacement entre marches <i>SBS</i> à l'intérieur d'un grain austénitique.	85
Figure II.12. Caractéristiques, disposition (a) et profil (b) typiques des lignes de glissement dans la phase austénitique de l'acier UR52N+.....	86
Figure II.13. Lignes de glissement de type « F » en surface des grains ferritiques de l'acier UR52N+.	87
Figure II.14. Lignes de glissement de type « A » en surface des grains ferritiques de l'acier UR52N+ ($\epsilon_p=1,8\%$).....	88
Figure II.15. Nombre de lignes de glissement selon la déformation plastique macroscopique imposée pour l'acier duplex UR52N+.	88
Figure II.16. Profil des lignes de glissement développées en surface d'un grain austénitique à $\epsilon_p=0,2\%$ (a) et à $\epsilon_p=1,15\%$ (b).....	89

Figure II.17. Evolution avec la déformation plastique du nombre des lignes de glissement suivant leur morphologie.....	91
Figure III.1. Schéma de la disposition des phases et dureté pour l'état hypertrempé (a) et l'état vieilli (b).....	97
Figure III.2. Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue oligocyclique : prélèvement (a) et dimensions en mm (b).....	97
Figure III.3. Montage utilisé pour la réalisation des essais de fatigue oligocyclique.	98
Figure III.4. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre des cycles pour l'acier BÖA911 dans les états hypertrempé (HT) et vieilli (V200).....	100
Figure III.5. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier BÖA911 dans les états hypertrempé (HT) et vieilli (V200).....	100
Figure III.6. Structures de dislocations observées dans l'acier duplex hypertrempé (H.T) et vieilli 200heures à 475°C (V200) après fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) et jusqu'à rupture.	102
Figure III.7. Schéma des dimensions et disposition des images AFM par zone de $145\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$	104
Figure III.8. Définition de la largeur (a) et de la hauteur des extrusions (δ) mesurées pour la caractérisation quantitative des morphologies témoins de l'activité plastique cyclique des grains austénitiques de l'acier BÖA911.....	106
Figure III.9. Images en mode erreur de la surface de l'acier BÖA911 à l'état hyper trempé (a) et à l'état vieilli (b), après fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture.	107
Figure III.10. Images AFM en mode dérivé (a) et en mode hauteur (b) du relief en surface des grains austénitiques de l'acier BÖA911 hypertrempé après l'essai de fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ (N_r).	108
Figure III.11. Relief en surface des grains austénitiques après fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r). Image AFM en mode hauteur (a), représentation en 3D (b) et profils (c) des extrusions.....	Erreur ! Signet non défini.
Figure III.12. Détails du relief en surface créé dans les grains austénitiques de l'acier BÖA911 sollicité en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture. Image AFM en mode erreur (a), représentation en 3D (b) et profils des extrusions(c).	111
Figure III.13. Pourcentage de grains austénitiques activés en surface de l'acier BÖA911 hypertrempé (H.T.) et vieilli 200 heures à 475°C (V200) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r)..	113

Figure III.14. Répartition des morphologies du relief en surface des grains actifs d'austénite de l'acier B0A911, à l'état hyper-trempé (H.T) et à l'état vieilli pendant 200 heures (V200) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).	114
Figure III.15. Distribution du nombre des grains actifs (a) et des marches témoins de la déformation cyclique (b) en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de sollicitation après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).	115
Figure III.16. Distribution des hauteurs des extrusions dans la phase austénitique après fatigue à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).	118
Figure III.17. Distribution des largeurs des extrusions en surface des grains austénitiques (a) après la sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$) jusqu'à rupture. Distribution de la taille des grains concernés (b).	119
Figure III.18. Distribution de la hauteur (δ) et de la largeur (a) moyenne des extrusions observées en surface des grains austénitiques après sollicitation cyclique ($\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ - N_r) en fonction de l'angle entre les marches et l'axe de chargement. ...	120
Figure III.19. Schéma de la formation du relief dans un monocristal suite à une charge-décharge (cas d'un demi cycle en fatigue).	122
Figure III.20. Schéma de la formation du relief dans un monocristal en état maximal de contrainte en compression (cas du premier cycle en fatigue).	122
Figure III.21. Schéma de l'activité surfacique dans un polycristal. La largeur des extrusions générées en surface est liée à la taille et à la forme du grain concerné ainsi qu'à l'emplacement de l'extrusion.	123
Figure III.22. Distributions des déformations irréversibles par grain en surface de l'acier B0A911 pour les conditions hypertrempée et vieilli pendant 200 heures à 475°C ($\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ et à rupture).	125
Figure III.23. Distribution statistique lognormale de la déformation plastique irréversible par grains (γ_{grain}^{norm}) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ - N_r), pour l'acier B0A911 hypertrempé et vieilli pendant 200 heures à 475°C.	126
Figure III.24. Quantité de matière extrudée cumulée par grain (δ_{grain}^{norm} , relation III.4) en fonction du diamètre de grain pour l'acier B0A911 hypertrempé (a) et vieilli (b) après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a \approx 0,044\%$ (N_r).	128
Figure IV.1. Disposition des phases dans les zones choisies pour l'étude de l'évolution en surface à $\Delta\varepsilon_t= 1,6\%$ (images MEB-EBSD).	139

Figure IV.2. S Schéma des dimensions et disposition des images AFM.....	140
Figure IV.3. Microscope à force atomique Veeco, modèle D3100.....	141
Figure IV.4. Evolution du pourcentage de grains austénitiques actifs en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$ (surface d'analyse $120\mu\text{m}*120\mu\text{m}$).....	143
Figure IV.5. Evolution de la répartition des morphologies en surface des grains austénitiques actifs en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).....	144
Figure IV.6. Evolution du relief en surface du même grain austénitique en fonction du pourcentage de durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ - $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$. Erreur ! Signet non défini.	
Figure IV.7. Hauteur de différentes extrusions en surface de grains austénitiques en fonction du nombre de cycles en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).....	146
Figure IV.8. Images AFM en mode erreur et représentation 3D des extrusions type <i>band-like</i> (a) et des extrusions type <i>cord-like</i> (b) en surface des grains ferritiques après sollicitation cyclique à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).....	148
Figure IV.9. (a) Hauteurs des différentes extrusions en surface des grains ferritiques en fonction du nombre de cycles à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$). (b) Zone 2 après 60% de la durée de vie en fatigue. Exemple de chevauchement d'extrusions (carré blanc).....	149
Figure IV.10. Images AFM d'une zone de haute rugosité (<i>HR</i>) en surface d'un grain ferritique, (a) représentation en 3D, (b) image en mode hauteur, (c) profil détaillé de la ligne pointillée ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$, $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$, $N/N_f=60\%$).....	150
Figure IV.11. Image AFM mode erreur et profils à 3,5%, 25% et 60% de la durée de vie en fatigue ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$, $\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$) indiquant le décalage entre deux grains ferritiques..	151
Figure IV.12. Evolution de l'activation des grains ferritiques en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$) dans chacune des zones de $60\mu\text{m}*60\mu\text{m}$	152
Figure IV.13. Répartition des morphologies en surface des grains ferritiques actifs dans chacune des zones de $60\mu\text{m}*60\mu\text{m}$ en fonction du pourcentage de la durée de vie en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$ ($\Delta\varepsilon_p^a=0,883\%$).....	153
Figure IV.14. Structures des dislocations dans les grains ferritiques de l'acier duplex B0A911 après rupture (N_r) en fatigue à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$. (a) Structure en matrice, (b) matrice + PSB.	157

Figure IV.15. Image AFM mode erreur montrant un exemple d'une zone HR située à coté d'un grain austénitique actif en surface après sollicitation cyclique ($\Delta\varepsilon_p^a = 0,883\% - 60\% N_r$).....	158
Figure IV.16. Illustration schématique des systèmes de glissement primaires dans une paire de cristaux austénite/ferrite qui vérifient (a) ou non (b) la relation K-S.	160
Figure IV.17. Images AFM mode erreur d'une paire $\alpha-\gamma$ ($\Delta\varepsilon_p^a = 0,883\% - N/N_r=60\%$) où la relation K-S n'est pas satisfaite (a), où la relation K-S est satisfaite.....	161
Figure IV.18. Paramètres liés à la distribution de phases qui favorisent la formation des zones HR dans les grains ferritiques à proximité des interphases.....	162
Figure IV.19. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier BÖA911 hypertrempé à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$	163
Figure 1. Principe de fonctionnement de l'AFM [Aigouy 2006].....	191
Figure 2. Effets de la taille finie de la pointe. La trajectoire mesurée de la pointe est indiquée en pointillés [Aigouy 2006].....	192
Figure 3. Limitations angulaires en mode contact: (a) Balayage parallèle au levier, (b) perpendiculaire au levier [Odin 1994; Coupeau 1997].	193
Figure 4. Effet de la géométrie de la pointe sur la visualisation du relief en surface [Odin 1994].....	193
Figure 5. Valeurs représentées dans une boîte à moustache ou <i>Box Plot</i>	196
Figure 6. Représentation <i>Box Plot</i> de la distribution des diamètres de grains austénitiques de l'acier duplex BÖA911 hypertrempé et vieilli, dans une zone de $435*145\mu\text{m}$	197
Figure 7. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre des cycles pour l'acier BÖA911 dans l'état hypertrempé (HT) à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$	114
Figure 8. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'acier BÖA911 dans l'état hypertrempé (HT) à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$	114

Annexes

Annexe 1 – La Microscopie à Force Atomique

Le microscope à force atomique (AFM : Atomic Force Microscope) est un instrument d'imagerie à sonde locale dont le principe repose sur la mesure de l'interaction existante entre l'extrémité d'une pointe très fine et la surface de l'échantillon. Considéré comme une évolution de la microscopie à effet tunnel (STM), depuis son invention en 1986 par Binnig et al [Binnig 1987], l'AFM s'est très rapidement développé dans les laboratoires universitaires (nombreux domaines), ou même en milieu industriel, grâce à la possibilité d'imager, à l'air, en milieu liquide ou sous atmosphère contrôlée, des échantillons conducteurs ou non de nature très diverse.

Le principe de fonctionnement de cette technique repose sur la mesure et la détection de forces d'interaction (Van der Waals, de répulsion ionique, électrostatiques, de friction ou même magnétiques) entre la pointe et la surface de l'échantillon (figure 1). L'AFM, utilisé en mode topographique, consiste en la génération d'une cartographie à haute résolution de la rugosité de la surface.

La pointe, solidaire d'un tube piézo-électrique, « balaye » la surface ; elle est placée à l'extrémité d'un levier souple (appelé microlevier ou *cantilever* en anglais) qui agit comme un ressort et permet par sa déflexion la mesure ou la détection des variations des forces qui s'exercent entre la pointe et la surface. Généralement (mode à force constante), on maintient constantes les forces entre pointe et échantillon lors de l'analyse. Cependant, du fait de l'évolution du relief en surface du matériau, des variations de force s'exerçant entre la pointe et la surface provoquent les variations de la déflexion du levier. Ces (faibles) variations, que l'on cherche à minimiser grâce à une boucle d'asservissement, sont en permanence détectées par un système optique constitué d'un laser et d'une photodiode ce qui permet à tout moment de faire évoluer la position en hauteur de la pointe afin de maintenir les interactions pointe/échantillons constantes et donc minimiser cette variation inévitable des forces lors d'évolution du relief. Systématiquement, deux types d'image AFM seront utilisés dans cette étude : le mode « hauteur » et le mode « signal d'erreur ». Les variations en hauteur de la pointe, commandées par le système, servent à la construction de l'image topographique c'est-à-dire le mode « hauteur ». Aussi nommé mode « dérivé », le second mode reflète l'amplitude du signal recueilli au niveau du bras de levier, c'est-à-dire les variations des interactions

pointe/échantillon et donne des informations qualitatives permettant la visualisation du relief créée en surface.

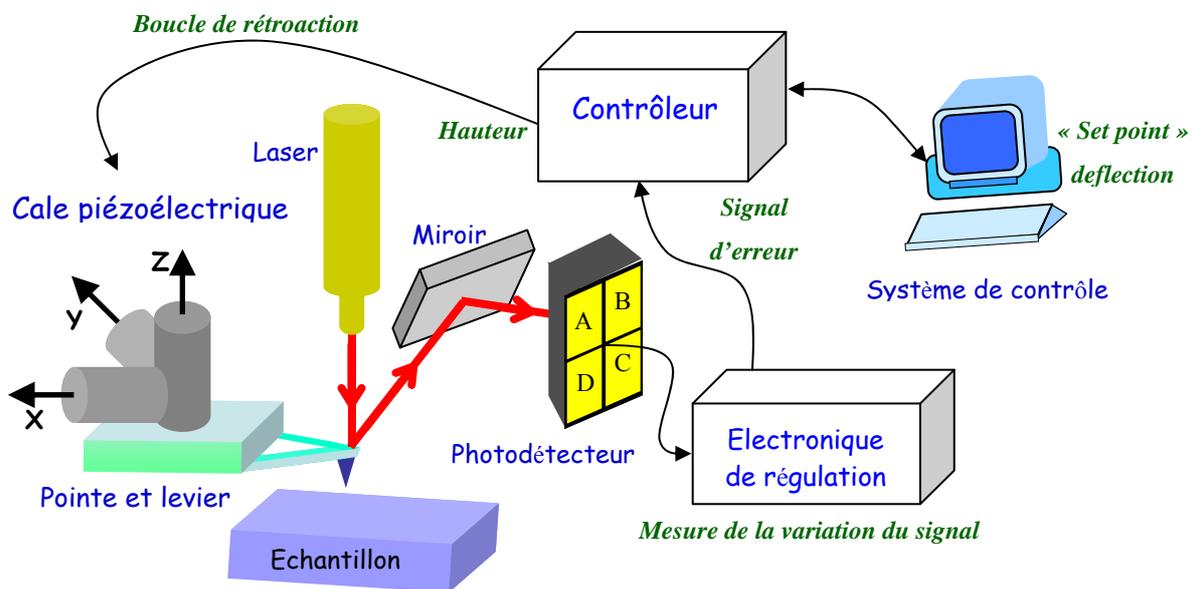


Figure 1. Principe de fonctionnement de l'AFM.

Le microscope à force atomique peut fonctionner de plusieurs manières distinctes suivant le type de force analysé. Les deux modes d'imagerie les plus utilisés pour obtenir la topographie de la surface par AFM sont le mode contact et le mode contact intermittent.

Dans le mode *contact*, la pointe « touche » la surface comme dans un dispositif palpeur. La force d'interaction F est responsable de la déflexion Δz du microlevier selon la loi de Hooke ($F=k\Delta z$). Des images topographiques sont donc obtenues lorsque l'interaction est gouvernée par les forces répulsives, et en gardant la déflexion du levier constante (mode à force constante) ou fixant la position verticale du piézo-électrique (mode à hauteur constante).

Le mode *intermittent*, plus souvent appelé mode « *tapping* » (Veeco), consiste à faire vibrer un microlevier de raideur en flexion connu à une fréquence élevée afin que la pointe touche ponctuellement la surface, ce qui fait changer périodiquement le régime de force, entre le régime attractif et répulsif. On s'affranchit ainsi, de l'effet des contaminations en surface, l'amplitude de vibration étant fonction de la distance pointe/échantillon.

Influence de la géométrie de la pointe et de la résolution latérale dans l'interprétation des images AFM

Malgré l'excellente résolution de cette technique d'analyse, les dimensions des pointes utilisées en AFM peuvent limiter ou « fausser » l'image obtenue. La figure 2 illustre de possibles distorsions du relief en surface, dont les distances latérales (x-y) sont souvent la plus affectées. Pendant le trajet d'une pointe AFM au cours d'une ligne de balayage sur une marche abrupte, il est possible de générer un élargissement et une déformation du contour de l'objet à cause de l'extension spatiale de la pointe (figure 2a). Cette dernière ressentira ainsi la marche avant que son apex ne soit à la verticale du bord de marche. Le point de contact pointe/surface reste le bord de marche jusqu'à ce que la pointe passe par la verticale de ce point, de sorte que l'image se fait avec les flancs de la pointe (effet de pointe).

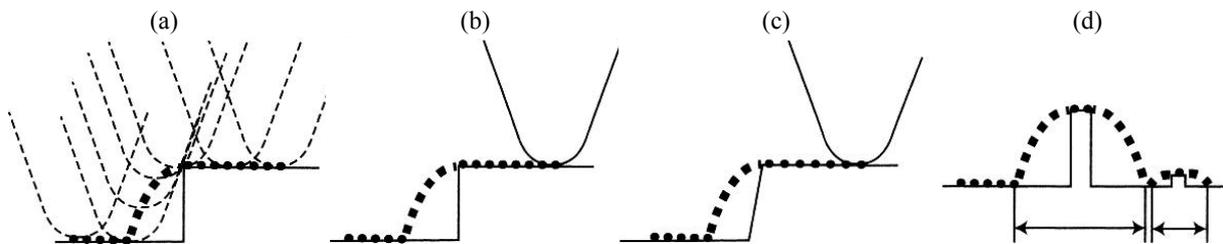


Figure 2. Effets de la taille de la pointe. La trajectoire mesurée de la pointe est indiquée en pointillés [Aigouy 2006].

La visualisation correcte du relief en surface ne dépend pas exclusivement des dimensions de la pointe, mais également de la géométrie des pointes et de la résolution latérale ou taille du pixel choisie pour chaque image. La figure 3 représente les limitations angulaires en mode contact liée aux caractéristiques géométriques d'une pointe pyramidale. L'angle d'inclinaison du porte-pointe par rapport à l'horizontale (figure 3a) et la direction du balayage sont aussi à considérer.

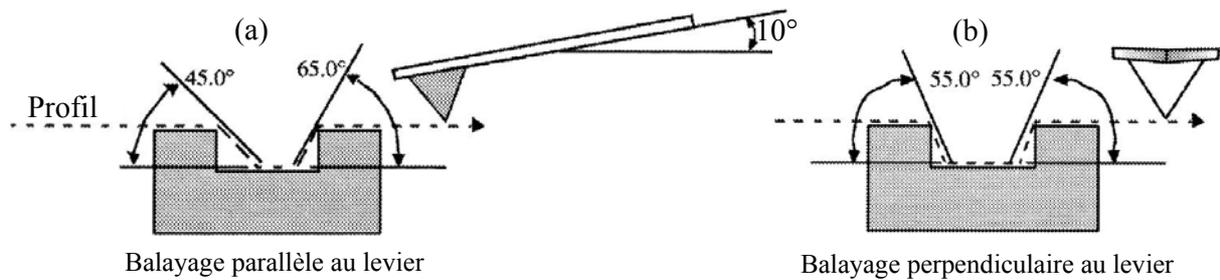


Figure 3. Limitations angulaires en mode contact: (a) Balayage parallèle au levier, (b) perpendiculaire au levier [Odin 1994; Coupeau 1997].

Par conséquent, en tenant compte de tous les facteurs cités dans cette partie, il est possible de calculer la hauteur maximale entre deux pixels expérimentaux observables par AFM (figure 4). Ceci permet de savoir si la hauteur du relief est inférieure à h_{\max} ou si $\varphi = \psi/2 + \beta$ et par conséquent, de vérifier si le profil observé par AFM n'est pas induit par un effet de pointe.

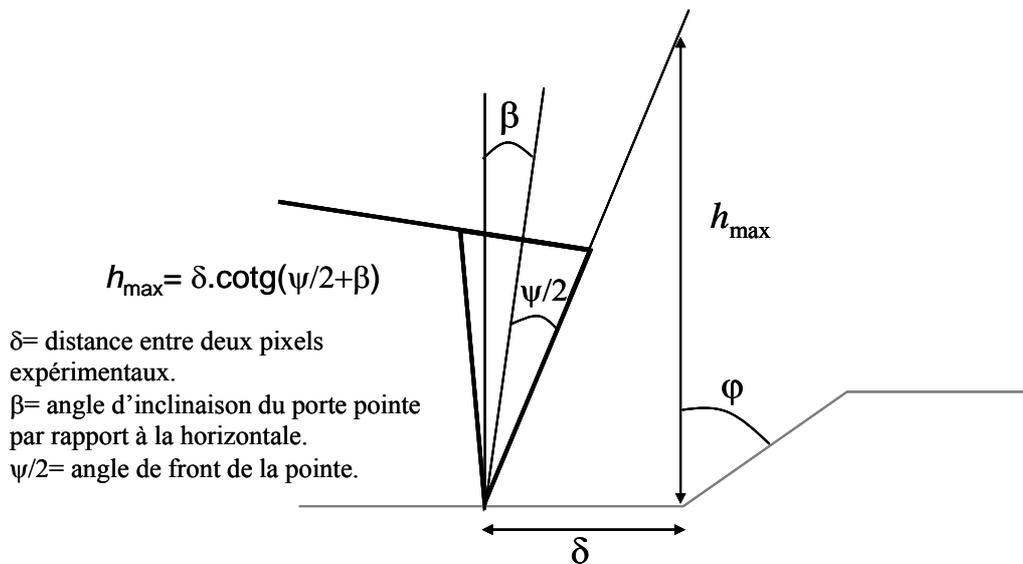


Figure 4. Effet de la géométrie de la pointe sur la visualisation du relief en surface [Odin 1994].

La définition de tous ces paramètres (figure 4), dans le cas de surface très rugueuse peut être pratiquement impossible et il peut être très difficile de vérifier l'exactitude de l'image. Cependant, l'information en hauteur obtenue par AFM restera toujours largement plus précise, en comparaison avec d'autres techniques utilisées pour l'analyse des surface comme la microscopie électronique à balayage.

Annexe 2 – Eléments de statistiques

En pratique, les courbes de distribution des données sont inconnues ou difficiles à tracer puisqu'elles correspondent à un cas limite: nombre infini de résultats et haute sensibilité de l'appareil de mesure. Cependant, les mathématiciens ont décrit différents modèles de distribution, dont on peut admettre le plus souvent qu'elles décrivent correctement les situations expérimentales.

1. *Distribution statistique normale*

La loi de probabilité la plus utilisée en statistique est la loi normale, encore appelée loi de Gauss, ou de Laplace-Gauss. Une variable aléatoire X suit une loi normale si sa densité de probabilité a pour équation :

$$g(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2}$$

La loi normale a pour représentation la fameuse « courbe en symétrie », et dépend de deux paramètres μ et σ , la *moyenne* (μ) et l'*écart type* (σ) de X .

2. *Théorème central limite*

Soient $X_1, \dots, X_2, \dots, X_n$, une suite de n variables aléatoires indépendantes, de moyennes $\mu_1, \dots, \mu_i, \dots, \mu_n$, et de variances $\sigma_1^2, \dots, \sigma_i^2, \dots, \sigma_n^2$, et de lois de probabilité quelconques, leur somme suit une loi qui, lorsque n augmente, tend vers une loi normale de moyenne $\mu = \sum_{i=1}^n \mu_i$

et de variance $\sigma^2 = \sum_{i=1}^n \sigma_i^2$. Il y a une seule condition restrictive, c'est que les variances soient finies et qu'aucune ne soit prépondérante devant les autres.

3. *Distribution statistique log–normale*

On appelle loi log–normale une loi qu'une transformation du type $\log(X - x_0)$ ramène à une loi normale. Cette loi est très répandue, notamment dans le domaine des sciences naturelles (géologie, biologie, ...) et des sciences humaines (psychologie, économie, ...). Chaque fois que les causes perturbatrices, à l'origine des fluctuations observées, répondent aux conditions du

théorème central limite mais sont multiplicatives, on enregistre des distributions modélisables par des lois log–normales.

La densité de probabilité $h(y)$ de la variable Y qui suit une loi log–normale est donc obtenue par changement de variable tel que:

$$\ln y = x \text{ et } g(x)dx = h(y)dy$$

On obtient :

$$h(y) = \frac{1}{y\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln y - \mu}{\sigma}\right)^2}$$

4. Méthodes de détection des valeurs aberrantes d'une population statistique

Il peut arriver, au cours d'une expérimentation qu'un des résultats semble s'écarter notablement des autres. Une attitude classique, que l'on rencontre trop souvent, consiste à éliminer cette valeur en la considérant comme aberrante. Or il peut être dangereux de procéder ainsi sans vérification préalable. La bonne attitude à avoir est la suivante : si l'on a pu retrouver la cause de la valeur aberrante (erreur de lecture, faute de calcul, etc.), il est tout à fait normal de l'éliminer. En revanche, si aucune cause accidentelle n'a pu être détectée, il est dangereux d'éliminer brutalement la valeur incriminée. Dans ce cas, il faut avoir recours à un test statistique permettant de justifier l'élimination de la valeur aberrante avec une probabilité P , choisie à l'avance, de se tromper.

La boîte à moustaches ou Box Plot

Méthode de représentation de la distribution d'une série de valeurs, sous la forme d'un rectangle partagé en deux par un segment dans le sens de la largeur (boîte), et prolongé à l'extérieur par deux segments perpendiculaires aux largeurs (moustaches ou valeurs adjacents). Cette méthode non paramétrique permet d'identifier les possibles valeurs aberrantes d'une série de données de distribution statistique normale ou même de distribution log–normale.

La figure 5 montre un exemple d'une boîte à moustaches; les valeurs représentées sont :

- La médiane Q_2 , valeur telle que le nombre d'observations supérieures ou égales à cette valeur est égale au nombre d'observations strictement inférieures à cette valeur (50% des effectifs).
- La valeur du premier quartile Q_1 (25% des effectifs).
- La valeur du troisième quartile Q_3 (75% des effectifs).
- Les valeurs adjacentes, lesquelles sont limitées par la frontière basse et par la frontière haute. La définition des frontières se fait à partir de l'écart interquartile QR (distance entre le 1^{er} et le 3^e quartile). Ces valeurs garantissent que la boîte doit contenir 99,3% des observations, dans le cas d'une distribution normale:

$$\text{Frontière basse: } F_b = Q_1 - 1,5 * (Q_3 - Q_1)$$

$$\text{Frontière haute: } F_h = Q_3 + 1,5 * (Q_3 - Q_1)$$

- Les valeurs dites extrêmes, atypiques, exceptionnelles (*outliers*) sont celles situées au-delà des valeurs adjacentes (notées individuellement par des *).

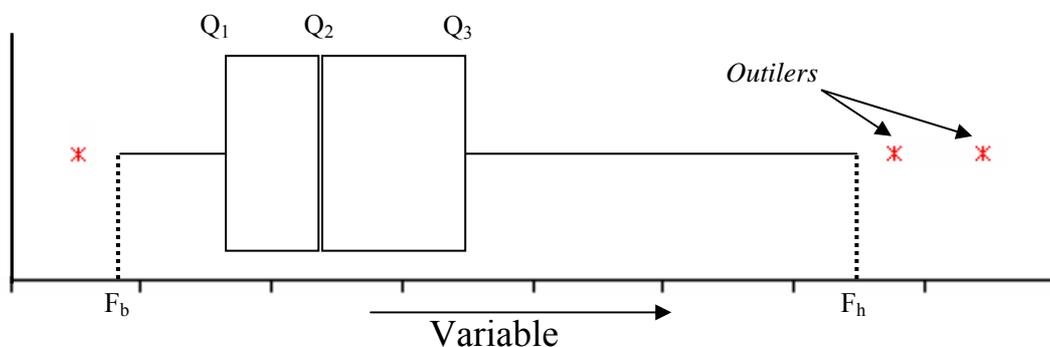


Figure 5. Valeurs représentées dans une boîte à moustaches ou *Box Plot*.

Représentation de la distribution des tailles de grains austénitiques pour l'acier BÖA911 hypertrempé et vieilli par la méthode de boîtes à moustaches

La figure 6, montre les distributions de diamètres de tous les grains austénitiques de l'acier BÖA911 hypertrempé et vieilli, analysés après sollicitation à faible amplitude de déformation. Les valeurs douteux sont divisées en deux groupes: *near outliers* (en bleu) valeurs qui se

trouvent en dehors d'une probabilité de 0,993 (en dehors des frontières) et les *far outliers* (en rouge, utilisées pour définir les valeurs aberrantes en séries avec $n > 80$) qui se trouvent également en dehors des frontières et d'une probabilité de 0,999 ($F_h = Q_3 + 3 * (Q_3 - Q_1)$). Tenant compte du type de distribution statistique évaluée (log–normale) et de la nature aléatoire des deux séries étudiées, seules les *far outliers* seront considérés comme des valeurs aberrantes et pourront être enlevées de chacune des séries, ceci afin de comparer de manière plus précise les paramètre γ_{irrev} . Une et cinq valeurs sont alors considérées comme aberrantes respectivement pour les aciers vieilli et hypertrempé.

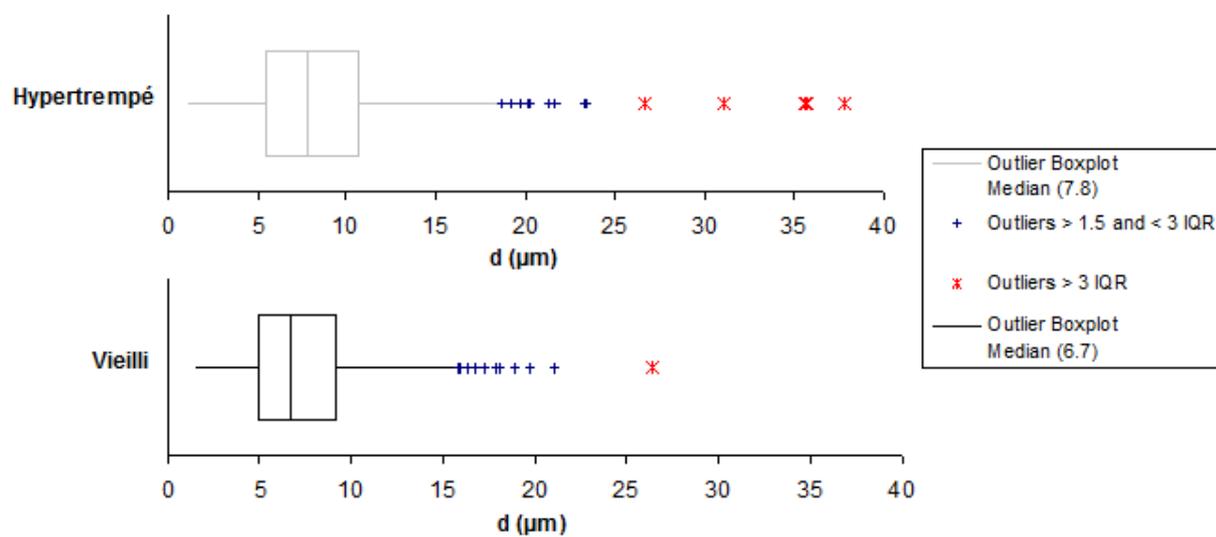


Figure 6. Représentation *Box Plot* de la distribution des diamètres de grains austénitiques de l'acier duplex B0A911 hypertrempé (a) et vieilli (b), dans une zone de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$.

Annexe 3 – Données sur le comportement cyclique de l’acier BōA911 à haute amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1,6\%$)

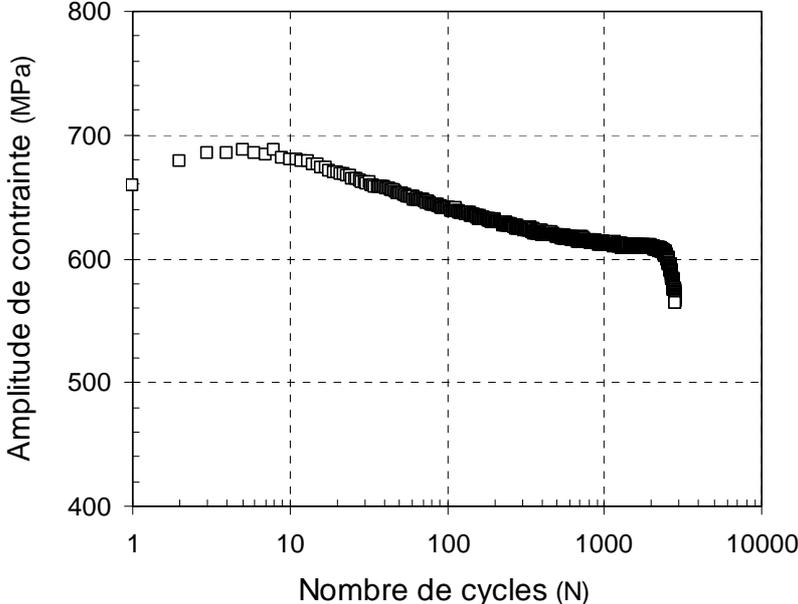


Figure 7. Evolution de l’amplitude de contrainte en fonction du nombre des cycles pour l’acier BōA911 dans l’état hypertrempé (HT) à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$.

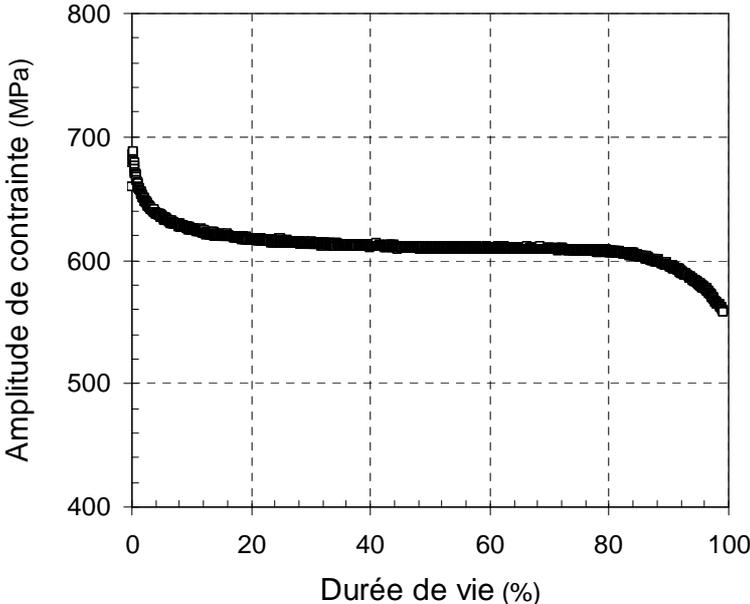


Figure 8. Evolution de l’amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l’acier BōA911 dans l’état hypertrempé (HT) à $\Delta\varepsilon_t=1,6\%$.

<i>T.T.</i>	<i>Valeur au 1/4 de cycle</i>			<i>Valeur au cycle stabilisé</i>				<i>Endurance</i>
	E (GPa)	σ_{ao} (MPa)	ε_{pao} (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	N_{25} (cycles)
HT	195	644	0,460	611	1,6	0,883	0,717	2899

Tableau 1. Résultats des essais de fatigue oligocyclique à $\Delta\varepsilon_t=0,5\%$ pour l'acier B6A911 hypereempé (HT) et vieillie 200h à 475°C (V200).

