

THESE DE DOCTORAT

Présentée à

L'UNIVERSITE LILLE 1 SCIENCES ET TECHNOLOGIES
Ecole doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement
UFR de Physique

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR
Spécialité Génie des Matériaux

par

CARLE GARCIA Carla Raquel

**Fatigue oligocyclique de l'acier martensitique T91 en présence de
l'eutectique Pb-Bi liquide et influence de l'oxygène**

Soutenue à Villeneuve d'Ascq le 30 Août 2017 devant le jury composé de :

Dominique GORSE	Directeur de recherches CNRS	Présidente
Patrice BERTHOD	Maître de conférences, Université de Lorraine	Rapporteur
Stéphane PANIER	Professeur, Université de Picardie Jules Verne	Rapporteur
Jean-Bernard VOGT	Professeur, ENSCL, UMET	Directeur de thèse
Ingrid PRORIOLE SERRE	Chargée de recherches CNRS, HDR, UMET	Directrice de thèse

THESE DE DOCTORAT

Présentée à

L'UNIVERSITE LILLE 1 SCIENCES ET TECHNOLOGIES
Ecole doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement
UFR de Physique

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR
Spécialité Génie des Matériaux

par

CARLE GARCIA Carla Raquel

**Fatigue oligocyclique de l'acier martensitique T91 en présence de
l'eutectique Pb-Bi liquide et influence de l'oxygène**

Soutenue à Villeneuve d'Ascq le 30 Août 2017 devant le jury composé de :

Dominique GORSE	Directeur de recherche CNRS	Présidente
Patrice BERTHOD	Maître de conférences, Université de Lorraine	Rapporteur
Stéphane PANIER	Professeur, Université de Picardie Jules Verne	Rapporteur
Jean-Bernard VOGT	Professeur, ENSCL, UMET	Directeur de thèse
Ingrid PRORIOLE SERRE	Chargée de recherches CNRS, HDR, UMET	Directrice de thèse

REMERCIEMENTS

Avoir pris la décision de venir en France pour travailler durant 4 ans et demi de thèse au sein de l'Unité de Matériaux et Transformation (UMET) de l'Université de Lille 1, a été le plus grand défi de ma vie d'un point de vue technique, mais surtout d'un point de vue humain. Sans aucun doute, une expérience extraordinaire...

Mes remerciements sont infinis envers ceux qui, de par leur accompagnement et soutien, m'ont permis d'accomplir avec succès ce grand travail.

Je tiens à remercier tout d'abord le directeur de l'UMET, Alexandre LEGRIS, Professeur à l'Université de Lille, de sa confiance et de m'avoir donné l'opportunité de faire partie, durant ces années de thèse, de l'équipe de travail Métallurgie Physique et Génie des Matériaux.

Je voudrais remercier Dominique GORSE, directrice de recherches CNRS, d'avoir accepté de présider le jury de ma thèse. Je remercie Stéphanie PANIER, professeur à l'Université de Picardie Jules Verne et, Patrice BERTHOD, maître de conférences à l'Université de Lorraine, pour avoir accepté d'être rapporteurs et d'avoir jugé mon travail.

J'adresse un remerciement très spécial et affectueux à Jean-Bernard VOGT, professeur à l'ENSCL, ainsi qu'à Ingrid PRORIOLE SERRE, chargée de recherche CNRS, mes directeurs de thèse, pour tout leur soutien et pour avoir partagé avec moi leur grande expérience technique. Merci, immense Merci, pour votre confiance, pour vos conseils toujours si judicieux et opportuns, pour votre disponibilité et pour votre accompagnement humain durant toute la thèse. Ce fut un immense plaisir et un grand honneur de travailler avec vous.

Je souhaite exprimer ma grande gratitude envers la Fondation Gran Mariscal d'Ayacucho et au Campus France qui, grâce à un accord de coopération entre le Venezuela et la France, m'ont apporté leur soutien financier tout au long de la thèse.

Un énorme Merci également à Jocelyn GOLEK et Damien CRETON pour leur disponibilité et leur support technique durant toute l'exécution expérimentale de la thèse.

Merci encore de votre accompagnement et votre encouragement, particulièrement dans les moments difficiles.

Merci à Jérémie BOUQUEREL, pour son précieux apport technique lors de l'analyse des résultats EBSD de la thèse.

Merci à toute l'équipe de l'UMET et particulièrement à Corinne et Isabelle pour leur soutien administratif, et pour toute la bonne énergie que vous donnez à l'entourage de travail.

Je souhaite également remercier très chaleureusement les doctorants et les stagiaires du laboratoire qui m'ont accompagnée et m'ont encouragée pendant toutes ces années, et souhaite à chacun d'entre vous de belles réussites pour votre avenir. Un remerciement très spécial à tous ceux avec qui j'ai eu le plaisir de partager le même bureau : Claire SCHAYES, Changqing YE, Hassine KACEM, Maxime DELBOVE, Gulzar SEIDAMETOVA et Amina SRIBA. Merci Max pour tous tes conseils, ceux-ci furent très précieux et très opportuns pour moi.

Merci à toute ma famille pour être toujours à mes côtés malgré la distance, et plus particulièrement ma mère et à mon âme-sœur. Je vous aime infiniment.

Une pensée va également à toutes les personnes que j'ai pu rencontrer depuis mon arrivée en France et qui sont devenues entre-temps mes grands amis.

Finalement, je veux plus que remercier, dédier tout mon travail de thèse à mon compagnon de vie, mon mari Pierre SCHMITTER. A ton coté tout est possible. Je T'Aime.

Table des matières

REMERCIEMENTS.....	5
ABREVIATIONS.....	11
NOTATIONS.....	13
INTRODUCTION.....	15
CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	19
I.1 Généralités sur la fatigue.....	19
I.1.1 Caractérisation du processus d'endommagement par fatigue.....	19
I.1.2 Etapes de l'endommagement par fatigue.....	25
I.2 Matériaux et métaux liquides.....	29
I.2.1 Corrosion par les métaux liquides.....	29
I.2.2 Fragilisation par les métaux liquides (FML).....	33
I.2.3 Pénétration intergranulaire par les métaux liquides.....	37
I.2.4 Endommagement accéléré par les métaux liquides (EAML).....	38
I.3 L'acier T91 : microstructure et propriétés mécaniques à l'air.....	39
I.3.1 Conception de l'acier T91.....	39
I.3.2 Microstructure de l'acier T91.....	40
I.3.3 Propriétés mécaniques de l'acier T91 à l'air.....	46
I.4 L'eutectique plomb-bismuth liquide.....	50
I.5 Propriétés mécaniques de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.....	57
I.5.1 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en traction de l'acier T91.....	57
I.5.2 Ténacité de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi.....	60
I.5.3 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue de l'acier T91.....	61
I.5.4 Influence des métaux liquides sur le comportement en fatigue oligocyclique des aciers T91 et 316L.....	63

I.6 Facteurs favorisant la transition ductile-fragile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi.....	66
I.6.1 Effet de la microstructure du matériau à travers l'influence du traitement thermique.....	67
I.6.2 Influence de l'état de surface de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi	70
I.6.3 Influence de la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi	73
I.6.4 Effet de la température d'essai sur le comportement mécanique de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi	74
I.6.5 Effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi.....	76
I.7. Remarques de conclusion.....	78
CHAPITRE II. MATERIAUX ETUDIES ET DISPOSITIF EXPERIMENTAL	81
II.1 L'acier T91.....	81
II.2 L'eutectique plomb-bismuth.....	83
II.3 Dispositif expérimental.....	83
II.3.1 Les éprouvettes utilisées.....	84
II.3.2 Le montage expérimental : les essais de fatigue.....	85
II.3.3. Procédure	87
II.3.4 Les conditions d'essais	92
II.3.5 Paramètres expérimentaux.....	92
CHAPITRE III. ETUDE DU COMPORTEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT DE L'ACIER T91 SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE A L'AIR ET DANS L'EUTECTIQUE Pb-Bi.....	95
III.1. Comportement en fatigue oligocyclique à l'air et à 350°C	95
III.1.1 Accommodation et écrouissage cyclique	95
III.1.2 Courbes de résistance à la fatigue	98
III.2 Comportement en fatigue oligocyclique dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène (10 ⁻⁵ % massique d'oxygène) et à 350°C	99
III.2.1 Comparaison de l'accommodation cyclique à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène	99

III.2.2 Comparaison des courbes d'écrouissage monotone et cyclique à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène	101
III.2.3 Comparaison des courbes de résistance à la fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène	102
III.2.4 Effet de la température d'essai et, de la variation de la composition chimique et du traitement thermique de l'acier sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.....	104
III.3 Effet de la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C.....	107
III.3.1 Comparaison de l'accommodation cyclique à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et Pb-Bi bas taux en oxygène	108
III.3.2 Comparaison des courbes d'écrouissage monotone et cyclique à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène	109
III.3.3 Comparaison de la résistance à la fatigue à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène.....	110
III.4 Effet de la vitesse de déformation sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.....	114
III.5 Effet d'un temps de maintien sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.....	118
III.5.1 L'accommodation cyclique.....	118
III.5.2 La résistance à la fatigue.....	120
III.6 Etude de l'endommagement de l'acier T91 après essais de fatigue à 350°C....	122
III.6.1 Etude des échantillons fatigués à l'air	122
III.6.2 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.....	124
III.6.3 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène.....	127
III.6.4 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à la vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	130
III.6.5 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal de pilotage trapézoïdal.....	131

III.7 Conclusion du chapitre III	133
CHAPITRE IV : ANALYSE DES RESULTATS ET DISCUSSION.....	137
IV.1 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement des fissures longues de l'acier T91 à 350°C	139
IV.1.1 Observation de la fissuration et de la déformation plastique au niveau des fûts des éprouvettes.	139
IV.1.2 Analyses EBSD : présentation de la technique, de la procédure de préparation des échantillons et des analyses effectuées.	141
IV.1.3 Résultats des analyses EBSD	149
IV.2 Mécanisme proposé.....	161
IV.2.1 Modèles SJWK et de Lynch.....	161
IV.2.2 Mécanisme d'endommagement de l'acier T91 à 350°C à l'air	164
IV.2.3 Mécanisme d'endommagement par fatigue de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi.....	167
IV.2.4 Influence de la teneur en oxygène.....	170
IV.2.5 Influence de la vitesse de déformation.....	173
IV.2.6 Influence de la forme du signal sur le mécanisme de fissuration de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène	174
IV.3 Conclusion du chapitre IV	176
CONCLUSION	179
REFERENCES.....	183
ANNEXE	193
RESUME.....	197
ABSTRACT	198

ABBREVIATIONS

ADS: Accelerator Driven System

CC: Cubique Centré

CCT: Center Cracked Tension

CEA: Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives

CFC: Cubique Faces Centrées

DEMETRA: DEvelopment and assessment of structural materials and heavy liquid

MEtal technologies for TRAnsmutation systems

DSA: Dynamic Strain Ageing

EAML: Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides

EBSD: Electron BackScatter Diffraction

EDX: Microanalyse X dispersive en énergie

FML: Fragilisation par les Métaux Liquides

GND: Geometrically Necessary Dislocations

GOS: moyenne de l'indicateur GROD

GROD: Grain Reference Orientation

HCF: High Cycle Fatigue

IPF: Inverse Pole Figure

KAM: Kernel Average Misorientation

LAGB: Low Angle Grain Boundary

LBE: Lead Bismuth Eutectic

LCF: Low Cycle Fatigue

MatISSE: Materials' Innovations for a Safe and Sustainable nuclear in Europe

MEB: Microscope Electronique à Balayage

MEGAPIE: MEGAwatt Pilot Experiment

MO: Microscopie Optique

MYRRHA: Multi-purpose Hybrid Research Reactor for High-tech Applications

OFHC: Oxygen Free High Conductivity

PSB: Persistent Slip Bands

PSM: Persistent Slip Markings

PVD: Physical Vapor Deposition

RNR: Réacteur à Neutrons Rapides

SFR: Sodium Fast Reactor

SPT: Small Punch Test

SSD: Statitically Stored Dislocations

TRC: Transformation en Refroidissement Continu

TTDF: Température de Transition Ductile-Fragile

UHCF: Ultra High Cycle Fatigue

UMET: Unité Matériaux Et Transformations

VHCF: Very High Cycle Fatigue

XPS: spectroscopie de photoélectrons X

NOTATIONS

A (%) : Allongement à rupture

A_g : Allongement uniformément réparti

C_e : Exposant de résistance à la fatigue

C_p : Exposant de ductilité en fatigue

$d_{F_{max}}$: Déplacement à la charge maximale obtenu lors d'un essai Small Punch Test

F_{max} : Valeur maximale de la force obtenue lors d'un essai Small Punch Test

K : Coefficient de résistance monotone

K' : Coefficient de résistance cyclique

K_e : Coefficient d'écrouissage

K_p : Coefficient de ductilité en fatigue

n : Exposant d'écrouissage

n' : Exposant d'écrouissage cyclique

N : Nombre de cycles

N_5 : Nombre de cycles à rupture défini par une chute de 5% de contrainte

N_{25} , N_f , N_r : Nombre de cycles à rupture

R_e : Limite d'élasticité

R_m : Charge à rupture

$R_{p0.2\%}$: Limite d'élasticité déterminée à 0.2% de déformation

R_ϵ : Rapport de déformation

T_{melt} : Température de fusion

T_R : Température de retour à la ductilité

T_T : Température basse du puits de ductilité

Z : Coefficient de striction

$\Delta N_{5\%-25\%} = N_r - N_{5\%}$: Nombre de cycles nécessaires à la propagation volumique de la fissure macroscopique

$\Delta \epsilon_e$: Variation de déformation élastique

$\Delta \epsilon_p$: Variation de déformation plastique

$\Delta \epsilon_t$: Variation de déformation totale

$\Delta \sigma$: Variation de contrainte

$\dot{\epsilon}$: Vitesse de déformation

$\epsilon_{p1/4}$: Déformation plastique maximale au 1^{er} quart de cycle

$\epsilon_a = \Delta \epsilon / 2$: Amplitude de déformation

ε_{pa0} : Déformation plastique maximale au 1^{er} quart de cycle
 ε_{ta} : Amplitude de déformation totale
 θ : Angle dièdre caractérisant le mouillage intergranulaire
 θ_c : Angle de contact
 $\sigma_{1/4}$: Contrainte au premier quart de cycle
 σ_a : Amplitude de contrainte
 σ_{a0} : Amplitude de contrainte au 1^{er} quart de cycle
 γ_{JG} : Energie de surface du joint de grains
 γ_{LV} : Energie de surface à l'interface liquide/vapeur
 γ_{SL} : Energie de surface à l'interface solide/liquide
 γ_{SV} : Energie de surface à l'interface solide/vapeur

INTRODUCTION

L'utilisation intensive de l'énergie nucléaire nécessite d'étudier des solutions concernant le retraitement des déchets nucléaires. Les réacteurs hybrides considérés il y a quelques années représenteraient une alternative intéressante pour l'incinération des actinides mineurs ou pour l'emploi de combustibles autres que l'uranium 235. Ces systèmes requièrent une cible de spallation source de neutrons. L'eutectique plomb bismuth liquide (Pb-Bi) est l'alliage retenu comme cible de spallation et comme fluide caloporteur dans le cadre du développement du réacteur hybride ADS (Accelerator Driven System) pour le projet MYRRHA: Multi-purpose Hybrid Research Reactor for High-tech Applications. De plus, parmi les six technologies des réacteurs de 4^{ème} génération, l'un d'entre eux utilisera du plomb ou l'alliage eutectique Pb-Bi comme fluide de refroidissement.

Un des points critiques pour la conception de ces systèmes est la sélection des matériaux de structure pour fabriquer les différents composants (la fenêtre, la cuve, les tubes pour les échangeurs de chaleur...) en contact avec le métal liquide. L'acier martensitique T91 est un des candidats sélectionnés notamment pour la fenêtre de l'ADS du projet MYRRHA car il possède une bonne résistance à la fluence et au gonflement sous radiation, un faible coefficient d'expansion thermique et une bonne conductivité thermique.

L'emploi de métaux liquides tel l'eutectique Pb-Bi peut être source de deux problèmes majeurs : la corrosion et l'endommagement accéléré par les métaux liquides dont l'une des manifestations les plus couramment reportées est la fragilisation par métal liquide. Vis-à-vis de la dégradation par corrosion, il est avéré que l'un des points critiques est la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi qui, quand elle est faible, conduit à la dissolution et à la dégradation de la surface des aciers.

De plus, des problèmes liés aux températures relativement importantes et leurs variations peuvent être observés. En effet, les fluctuations thermiques auxquelles sera soumis le réacteur donnent lieu à un endommagement par fatigue. Ce phénomène qui doit être étudié en profondeur pour garantir l'intégrité de la structure, est la cause de la plupart des accidents dans les composants en service.

L'objectif de notre travail est d'aboutir à une meilleure compréhension du comportement et des mécanismes d'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier martensitique

T91 à 300°C et 350°C, à l'air et en présence de l'eutectique Pb-Bi en prenant en considération la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, la température, la vitesse de déformation et la forme du signal de pilotage.

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique. Quelques connaissances générales ainsi que la caractérisation et les étapes du processus d'endommagement par fatigue sont d'abord présentées. Puis, un résumé des phénomènes qui peuvent avoir lieu lors du contact direct entre les aciers et les métaux liquides est proposé. La conception, la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier T91 à l'air, ainsi que les différentes propriétés de l'eutectique Pb-Bi sont abordées. Finalement, un accent particulier est mis sur les propriétés mécaniques et les facteurs favorisant la transition ductile-fragile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi.

Le deuxième chapitre présente tout d'abord la caractérisation des matériaux d'étude : l'acier T91 et l'eutectique Pb-Bi. Afin de mener à bien notre objectif, un nouveau montage expérimental permettant d'effectuer des essais de fatigue oligocyclique en eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène a été développé et validé. Ce montage ainsi que la procédure d'essais et les différentes conditions et paramètres expérimentaux sont décrits en détail.

Le troisième chapitre présente en détail, dans une première partie, les résultats expérimentaux du comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, et l'influence des différentes conditions expérimentales évaluées, à savoir : la température, la teneur en oxygène, la vitesse de déformation, la forme du signal de pilotage. La deuxième partie est consacrée à l'étude de l'endommagement en fatigue de l'acier T91 à partir des observations par microscopie optique (MO) et par microscopie électronique à balayage (MEB) des échantillons sollicités dans les différentes conditions expérimentales.

Le quatrième chapitre aborde l'analyse et la discussion des résultats. Un résumé comparatif de la durée de vie en fatigue de l'acier T91 pour chaque condition expérimentale évaluée introduit tout d'abord ce chapitre. L'influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement des fissures longues est analysée ensuite en mettant l'accent sur les résultats et les analyses complémentaires obtenus à partir de la technique EBSD (Electron BackScatter Diffraction). Cette technique nous a permis d'avoir une approche qualitative de la déformation plastique cyclique d'un point de vue microstructural.

L'approche mécanique et les analyses microstructurales (MEB et MEB-EBSD) sont à la base des mécanismes d'endommagement proposés pour expliciter le comportement de l'acier T91 à 350°C dans les différents milieux (air, eutectique Pb-Bi) et expliquer l'influence des différents paramètres (taux d'oxygène dissous, vitesse de déformation, présence d'un maintien en traction).

Enfin, les conclusions générales et les perspectives de ce travail de thèse sont présentées.

CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Généralités sur la fatigue

La majorité des machines et structures industrielles sont soumises à des chargements cycliques, répétitifs, qui provoquent leur endommagement. Il est admis que ce type d'endommagement – *la fatigue* - est la cause majeure des défaillances et des accidents observés pour les composants en service.

La fatigue est un phénomène qui modifie les propriétés des matériaux soumis à des charges cycliques. Les sollicitations cycliques induisent un cumul de dommages qui permettent de faire propager lentement une fissure dans le volume du matériau à partir d'un défaut préexistant ou généré au cours de l'emploi du composant. La rupture par fatigue peut intervenir même si les valeurs des contraintes appliquées sont inférieures à la limite d'élasticité.

I.1.1 Caractérisation du processus d'endommagement par fatigue

Pour un matériau ou un composant dont la surface externe est exempte de défauts géométriques, deux étapes d'endommagement se produisent avant la rupture complète : une étape d'amorçage de fissures en surface du matériau suivie d'une étape de propagation en volume. Pour caractériser chacune de ces étapes, il existe deux types d'essais : l'essai de fatigue-amorçage utilisant des éprouvettes lisses et l'essai de fatigue-propagation utilisant des éprouvettes entaillées.

Dans ce travail doctoral, nous nous sommes intéressés au rôle d'un métal liquide sur l'amorçage des fissures par fatigue, et sur la propagation en volume en utilisant des éprouvettes lisses.

a) Essais de fatigue-amorçage

Les essais de fatigue-amorçage sont effectués sur des éprouvettes lisses soumises à différentes valeurs de contrainte (ou force) cyclique imposée jusqu'à la rupture. Les résultats permettent de construire le diagramme de Wöhler, qui représente la contrainte imposée en fonction du nombre de cycles à rupture (Figure I.1).

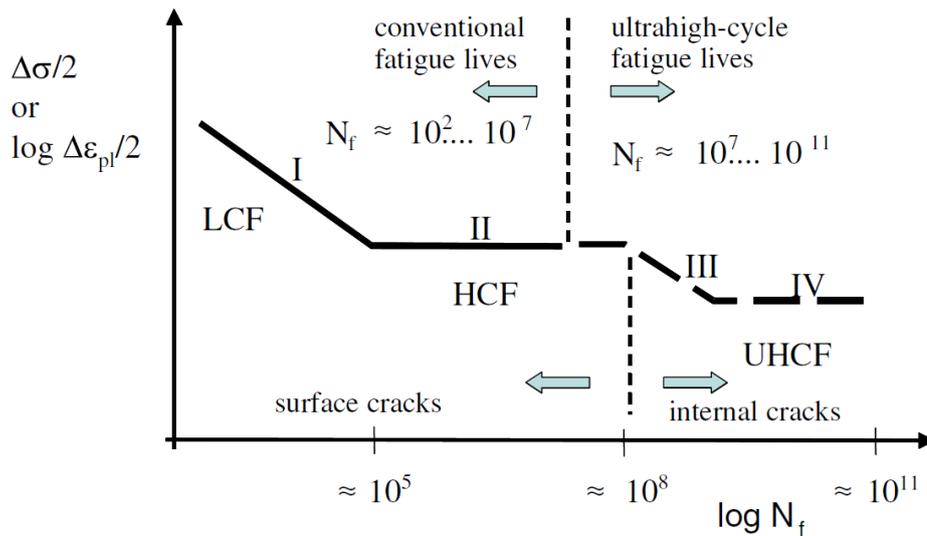


Figure I.1 : Représentation schématique du diagramme de Wöhler [MUGHRABI-2006].

Le diagramme montre les différents régimes suivant le niveau de contrainte et les durées de vie :

- un régime où les durées de vie sont relativement courtes ($N_f < 10^5$ cycles) et la contrainte suffisamment élevée pour induire une déformation plastique macroscopique : c'est le domaine de la fatigue plastique oligocyclique (Low Cycle Fatigue, LCF),
- un régime où les durées de vie sont relativement élevées ($10^5 < N_f < 10^7$ cycles) dans lequel le matériau est sollicité quasiment dans le domaine élastique, du moins macroscopiquement : c'est le domaine de la fatigue endurance ou à grande nombre de cycles (High Cycle Fatigue, HCF) caractérisé par une évolution asymptotique ; il est assez classique d'associer à cette asymptote la limite d'endurance σ_D , estimée pendant très longtemps comme valeur en dessous de laquelle la rupture par fatigue n'était pas observée ; ce point de vue a changé depuis une quinzaine d'années environ, grâce au développement d'essais conduits à très haute fréquence,
- il est donc maintenant couramment admis que la rupture par fatigue peut se produire pour des durées de vie supérieures à 10^7 cycles, avec des niveaux de contraintes inférieurs à la limite de fatigue conventionnelle ; c'est le domaine de la fatigue à très grand nombre de cycles (Ultra High Cycle Fatigue, UHCF ou Very High Cycle Fatigue, VHCF).

b) Essai de fatigue oligocyclique

Les faibles durées de vie mesurées en fatigue oligocyclique sont la conséquence de sollicitations cycliques très proches ou supérieures à la limite d'élasticité conduisant à une déformation plastique macroscopique de l'éprouvette. Dès lors, les essais de fatigue oligocyclique sont asservis en général en déformation totale imposée, et occasionnellement en déformation plastique. Ils nécessitent l'emploi d'un extensomètre, placé directement sur la zone utile de l'éprouvette, et d'une machine servo contrôlée. Ainsi, si les essais de fatigue oligocyclique à l'air à température ambiante sont plus ou moins faciles à faire, ils deviennent plus compliqués à réaliser à chaud et encore plus en présence d'un environnement liquide. Dans ce dernier cas, l'extensomètre ne peut même pas être fixé sur l'éprouvette. Un signal triangulaire symétrique est généralement utilisé pour piloter l'essai. Au cours de l'essai, des boucles d'hystérésis contrainte-déformation (Figure I.2) sont régulièrement enregistrées puis traitées pour caractériser l'accommodation cyclique et évaluer la résistance à la fatigue oligocyclique.

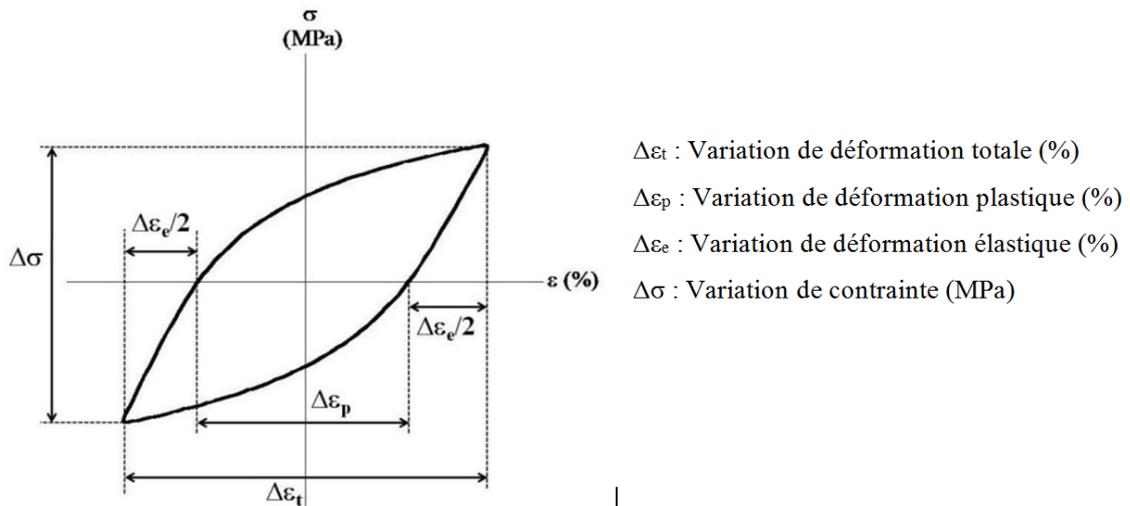


Figure I.2 : Schéma d'une boucle d'hystérésis de l'essai de fatigue oligocyclique.

• L'accommodation cyclique

Lors de l'essai de fatigue oligocyclique à déformation totale imposée, la boucle d'hystérésis évolue: valeurs de déformations plastique et élastique, valeurs de contrainte et forme de la boucle (Figure I.3). Cela permet de distinguer trois phases : l'accommodation, la stabilisation et la propagation.

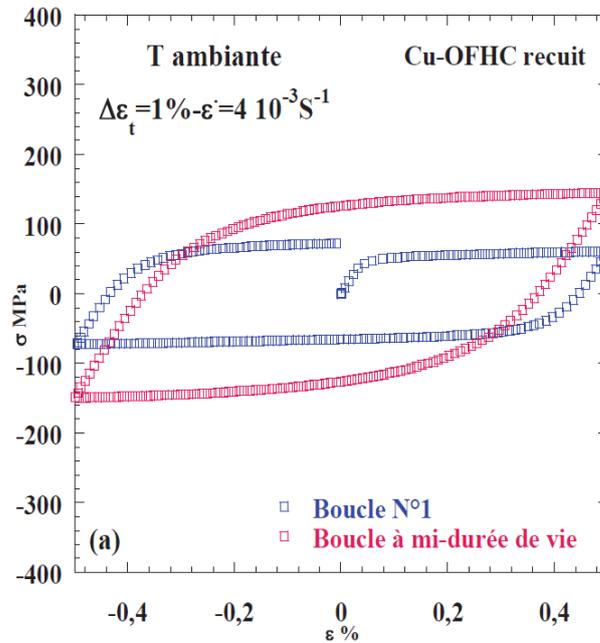


Figure I.3 : Evolution des boucles d'hystérésis du Cu-OFHC (Oxygen free high conductivity) recuit sollicité à température ambiante, à $\Delta\epsilon_t=1\%$, $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [DAOUD-2013].

La première boucle d'hystérésis est similaire à la réponse obtenue par un essai de traction monotone limité à l'amplitude de déformation imposée. Ensuite, elle évolue de cycle en cycle jusqu'à tendre vers un état stabilisé: c'est la phase d'accommodation cyclique du matériau. Durant cette phase d'accommodation, les boucles sont ouvertes et finissent par se fermer durant la phase de stabilisation. Enfin, la boucle prend une forme asymétrique, la contrainte en traction diminuant progressivement : c'est l'étape de propagation d'une fissure macroscopique.

A partir de ces boucles, il est possible de tracer l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles dans une échelle semi-logarithmique pour mieux apprécier la phase d'accommodation ou en fonction de la fraction de durée de vie dans une échelle linéaire pour mieux apprécier les parts relatives des différentes phases dans la vie du matériau. Lors de l'accommodation, si l'amplitude de la contrainte augmente, on parle de durcissement cyclique (Figure I.4.a). Par contre, si l'amplitude de la contrainte diminue, on parle alors d'adoucissement cyclique (Figure I.4.b). La durée de cette phase dépend du matériau et des conditions de l'essai (variation de déformation imposée, température, vitesse de déformation ...).

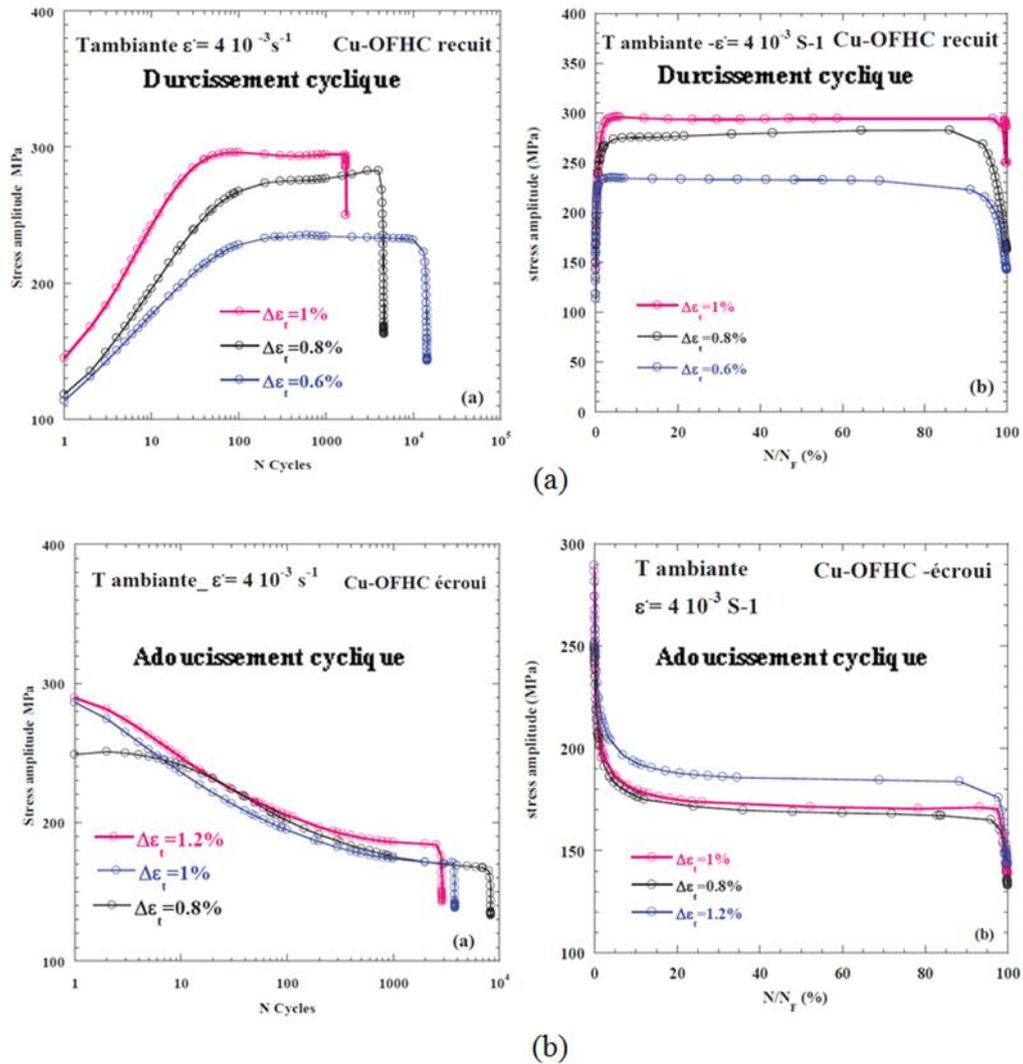


Figure I.4 : Accommodation cyclique du Cu-OFHC (Oxygen free high conductivity) sollicité à température ambiante et à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$: a) dans un état recuit ; b) dans un état écroui [DAOUD-2013].

Certains matériaux ne présentent pas d'état stabilisé. D'autres matériaux présentent une accommodation cyclique beaucoup plus complexe, par exemple un durcissement suivi d'un adoucissement. Quand la phase de stabilisation existe, la boucle d'hystérésis enregistrée durant cette phase servira de référence pour la construction de la courbe d'écrouissage cyclique ou pour la courbe de résistance à la fatigue. Sinon, on enregistre la boucle dans la phase la moins évolutive.

Les valeurs mesurées au cycle de référence servent à tracer la courbe d'écrouissage cyclique qui sera comparée à la courbe d'écrouissage monotone, celle-ci étant tracée avec les valeurs mesurées lors du premier quart de cycle.

Finalement, la période qui correspond à la chute de la contrainte est relative à la propagation en volume d'une fissure macroscopique. Elle ne représente qu'une faible part de la durée de vie du matériau.

- **Écrouissage monotone et cyclique**

Les propriétés monotones obtenues à partir d'un essai de traction ou du premier quart de cycle d'un essai de fatigue sont comparées aux propriétés cycliques au cycle de référence (cycle stable). Pour cela, on trace en échelle logarithmique, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique, ce qui donne comme résultat les courbes d'écrouissage monotone et cyclique (Figure I.5).

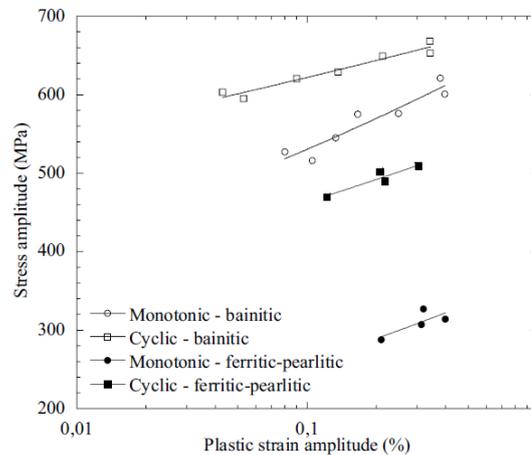


Figure I.5 : Courbes d'écrouissage monotone et cyclique de l'acier AISI 4130 sollicité à 450°C (pour deux états métallurgiques) [BULTEL-2011].

Les équations de la courbe d'écrouissage sont :

- pour l'écrouissage monotone :

$$\sigma_{ao} = K \varepsilon_{pao}^n \quad (\text{Eq.I.1})$$

avec :

K : coefficient de résistance

n : exposant d'écrouissage

ε_{pao} : amplitude de déformation plastique maximale au 1/4 cycle

σ_{ao} : amplitude de la contrainte au 1/4 cycle

- pour l'écrouissage cyclique :

$$\sigma_a = K' \left(\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} \right)^{n'} \quad (\text{Eq.I.2})$$

avec :

K' : coefficient de résistance cyclique

n' : exposant d'écrouissage cyclique

$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2}$: amplitude de déformation plastique

σ_a : amplitude de la contrainte

- **Résistance à la fatigue**

La mesure de la résistance à la fatigue oligocyclique s'effectue en traçant dans un diagramme logarithmique l'évolution des variations de déformation (totale, plastique et élastique) mesurées au cycle de référence en fonction du nombre de cycles à rupture (Figure I.6).

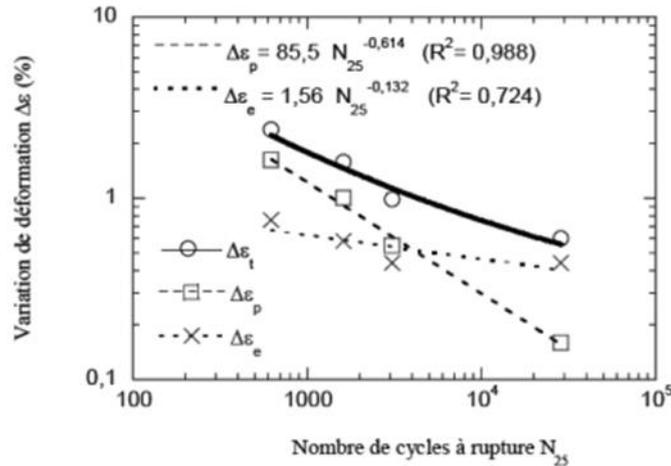


Figure I.6 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 20°C [VERLEENE-2005].

Les équations de l'évolution de la variation de la déformation élastique ($\Delta\epsilon_e$), de la déformation plastique ($\Delta\epsilon_p$) et de la déformation totale ($\Delta\epsilon_t$) suivant le nombre de cycles à rupture (N_r) sont de la forme :

$$\Delta\epsilon_e = K_e(N_r)^{C_e} \quad \text{Loi de Basquin (Eq.I.3)}$$

où :

C_e : exposant de résistance à la fatigue

K_e : coefficient d'écrouissage

$$\Delta\epsilon_p = K_p(N_r)^{C_p} \quad \text{Loi de Manson-Coffin (Eq.I.4)}$$

où :

C_p : exposant de ductilité en fatigue

K_p : coefficient de ductilité en fatigue

$$\Delta\epsilon_t = \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p = K_e(N_r)^{C_e} + K_p(N_r)^{C_p} \quad \text{Loi de résistance à la déformation totale (Eq.I.5)}$$

1.1.2 Etapes de l'endommagement par fatigue

Le processus d'endommagement par fatigue pour un matériau exempt de défaut se déroule en deux étapes : l'étape d'amorçage de fissure qui se forme à la surface de la

pièce, suivie par l'étape de propagation où la fissure évolue vers le cœur du composant, jusqu'à la rupture du matériau en traction.

a) Etape d'amorçage

L'amorçage des fissures par fatigue se produit dans la plupart du temps en surface du matériau dont la topographie évolue suite à l'émergence de bandes de glissement dans lesquelles la déformation plastique cyclique se localise. Cette localisation de la plasticité cyclique est bien connue et expliquée à travers l'analyse des structures de dislocations dans le cas de matériaux de microstructure « simple » comme le cuivre recuit OFHC ou les aciers inoxydables austénitiques, qui ont fait l'objet de très nombreux travaux dans le passé. Le lien entre les bandes persistantes de glissement (persistent slip bands, PSB) et la formation d'extrusions-intrusions a été notamment étudié par Polak *et al.* [POLAK-2014] (Figure I.7).

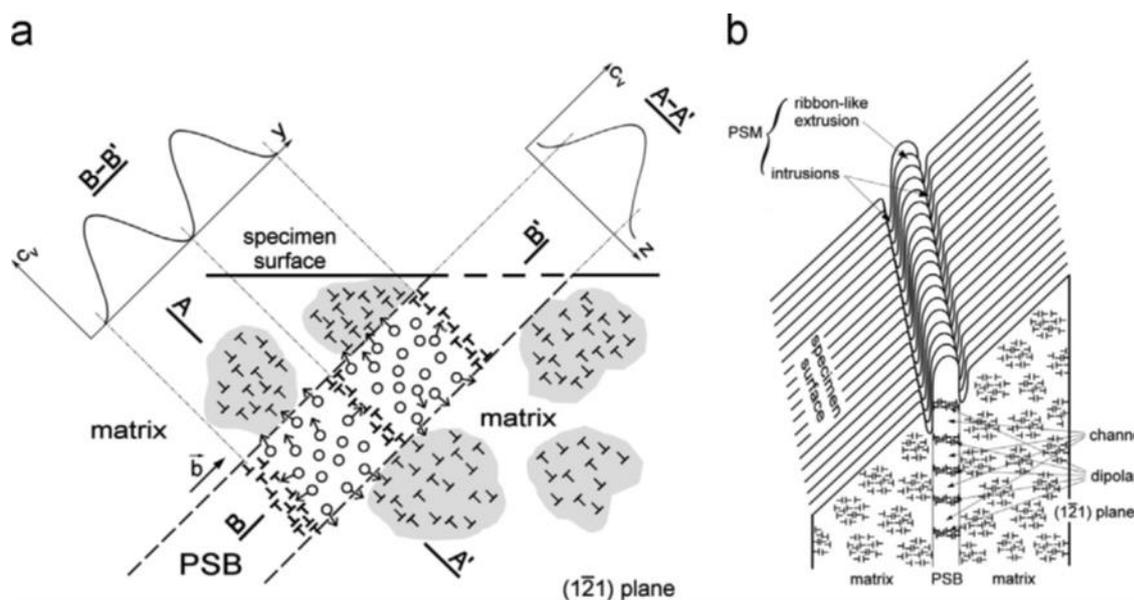


Figure I.7 : Schématisation de la formation du relief de surface à partir des bandes de glissement persistantes (Persistent Slip Bands, PSBs). a) arrangement de dislocations dans une PSB noyée dans la matrice, et profils de concentration de lacunes dans deux sections principales ; b) surface de relief avec des marques de glissement persistantes (Persistent Slip Markings, PSM) dans une PSB [POLAK-2014].

La formation d'extrusions-intrusions engendre une concentration locale de contrainte et favorise la nucléation de fissures par fatigue (Figure I.8). Il faut cependant noter que la rugosité produite en surface est également observée pour les matériaux qui n'ont pas développé de bandes persistantes de glissement.

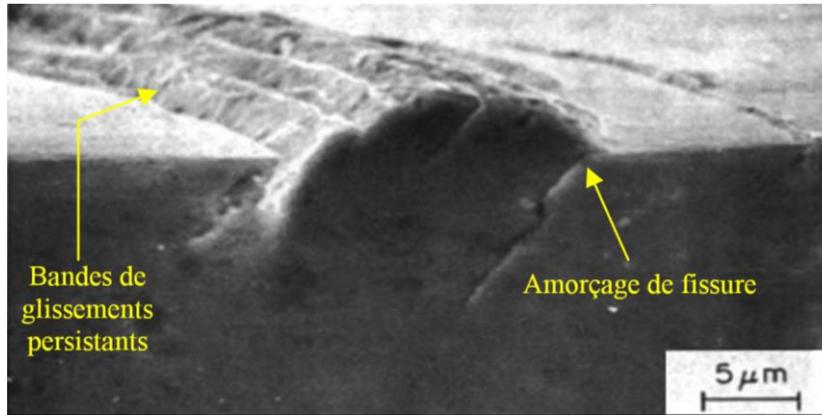


Figure I.8 : Amorçage d'une fissure à partir des bandes de glissement persistantes dans un monocristal de cuivre sollicité à 60 000 cycles, à température ambiante et à 0,2% d'amplitude de déformation plastique [BAO-TONG-1989].

L'amorçage des toutes petites fissures est un phénomène complexe. En effet, même en présence de structures de dislocations habituellement associées à un amorçage transgranulaire, l'amorçage intergranulaire peut être observé comme dans le cas des aciers Fe3Si (Figure I.9).

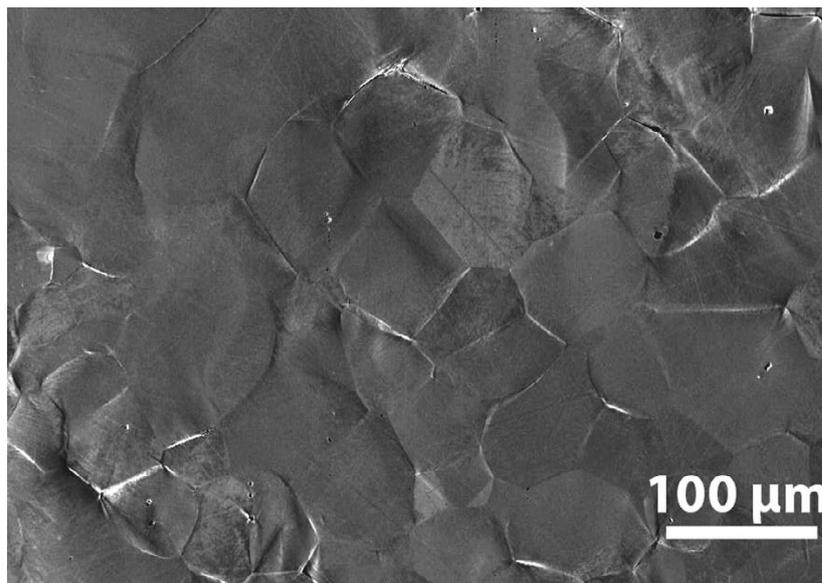


Figure I.9 : Image au microscope électronique à balayage d'un acier Fe3Si cyclé à température ambiante et à $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ présentant un amorçage intergranulaire des fissures [SCHAYES-2016].

b) De l'amorçage en surface à la propagation en volume

L'évolution de l'endommagement en surface et l'amorçage de fissures courtes, vers la propagation en volume de fissures longues se produit en trois étapes principales.

La première étape concerne la formation de fissures courtes de dimension inférieure à la taille de grain. La croissance de ces fissures courtes se produit en général au cours des 10 premiers pourcents de la durée de vie et est limitée par les joints des grains qui agissent comme une barrière structurale. Alors que certaines de ces microfissures se trouvent bloquées aux joints de grain, de nouveaux amorçages peuvent apparaître dans d'autres grains. L'accumulation des dommages causés lors du chargement cyclique permet le franchissement des premières barrières structurales. Les fissures courtes croissent en envahissant les grains voisins jusqu'à atteindre une dimension de 2 à 3 fois la taille des grains. Cette croissance est guidée par l'orientation cristallographique des grains mis en jeu.

De nouveau, les fissures de dimension 2 à 3 tailles de grain se retrouvent bloquées par les joints de grains qui constituent la seconde barrière structurale. Le franchissement de ces barrières est possible également par l'application de cycles d'efforts supplémentaires au cours desquels de nouvelles fissures de dimension d'une taille de grain germent. Cette seconde étape occupe la majeure partie de la durée de vie du matériau (entre 10 et 90 % de la durée de vie). Le franchissement des secondes barrières structurales permet par effet de coalescence de générer des fissures de dimension 10 tailles de grains.

Enfin, une transition propagation en surface → propagation en volume se produit. Seules quelques-unes des fissures de dimension 10 tailles de grains se propageront en volume du matériau pour amener rapidement à la rupture totale. Cet état représente les 10 derniers pourcents de la durée de vie du matériau. Le nombre de fissures longues dépendra de l'amplitude de déformation imposée et de l'environnement. La rupture finale se produit en réalité en traction quand la surface restante devient trop faible vis-à-vis de l'effort appliqué.

Un résumé des états d'endommagement par fatigue pour un matériau exempt de défaut est présenté Figure I.10.

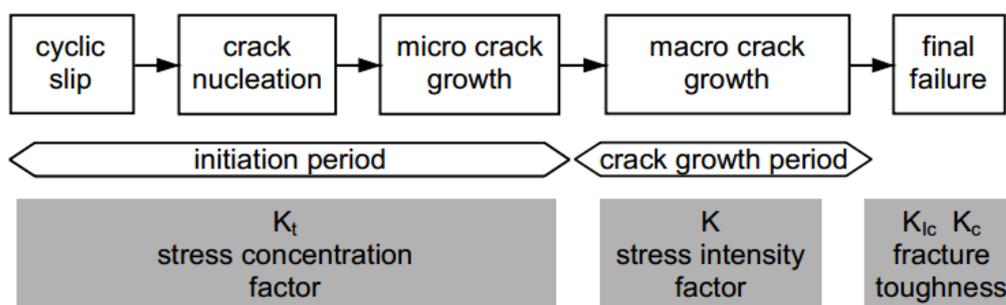


Figure I.10 : Schéma des états d'endommagement par fatigue et les principaux facteurs à prendre en compte [SCHIJVE-2001].

I.2 Matériaux et métaux liquides

L'interaction d'un matériau solide en présence d'un métal liquide peut donner lieu à trois types de phénomènes : la corrosion par les métaux liquides, la fragilisation par les métaux liquides (FML) et l'endommagement accéléré par les métaux liquides (EAML).

Dans cette section, nous allons présenter les différents mécanismes de corrosion en fonction des propriétés thermodynamiques du système alliage solide / métal liquide, les conditions essentielles à l'apparition de la FML et l'EAML, et le phénomène de la pénétration intergranulaire.

1.2.1 Corrosion par les métaux liquides

La corrosion par les métaux liquides dépend des interactions entre l'alliage solide (M), le métal liquide (L) et les impuretés dissoutes (I) dans le métal liquide. Trois modes de corrosion existent :

- la formation de composés intermétalliques solides entre l'alliage solide et le métal liquide,
- la réaction entre des éléments de l'alliage solide et les éléments dissous dans le métal liquide (l'oxygène et le carbone en particulier),
- la dissolution des éléments de l'alliage solide dans le métal liquide.

Ces différents modes de corrosion dépendent des propriétés thermodynamiques du système alliage solide/métal liquide avec les impuretés. En effet, les données thermodynamiques permettent d'identifier les produits de réaction possibles entre l'alliage solide et le métal liquide avec les impuretés. Cependant, pour comprendre les réactions qui ont effectivement lieu et les phénomènes de corrosion observés, il faut aussi prendre en compte la cinétique des réactions mais aussi celle du système (liée aux différences de température, à la présence de points froids, à la circulation du fluide, au volume de métal liquide ...).

La formation de composés intermétalliques solides.

Ce mode de corrosion (le produit de la réaction est solide et sous forme M_xL_y) peut avoir lieu lorsque la solubilité du métal liquide dans l'alliage solide est suffisante pour que des

composés solides M-L existent (ou une solution solide). Ce sont les diagrammes de phases qui permettent de connaître l'existence et la composition des composés formés selon la température. Mais certains composés prévus par les diagrammes de phases ne sont pas observés à cause des cinétiques des réactions.

Les diagrammes de phase montrent que, entre un alliage solide contenant du Fe-Cr-Ni et les métaux liquides plomb et alliages de plomb (eutectiques Pb-Li et Pb-Bi), sodium, gallium, mercure, aluminium, des intermétalliques peuvent se former seulement en présence d'aluminium, de gallium et de l'eutectique Pb-Bi liquide (Tableau I.1). Cependant aucun composé intermétallique Bi-Ni n'a jamais été observé (la vitesse de dissolution du nickel dans l'eutectique Pb-Bi est plus grande que celle de la formation de l'intermétallique [BALBAUD-CELERIER-2013]).

Tableau I.1 : Identification des intermétalliques possibles entre les éléments de l'acier Fe-Cr-Ni et ceux des métaux ou alliages liquides Pb, eutectique Pb-Li, eutectique Pb-Bi, Na, Ga, Hg, Al [BALBAUD-CELERIER-2013]

Éléments	Pb	Pb-Li	Pb-Bi	Na	Ga	Hg	Al
Fe	aucun	aucun	aucun	aucun	FeGa ₃ , Fe ₃ Ga ₄ , Fe ₆ Ga ₅ , Fe ₃ Ga	aucun	Fe ₃ Al, FeAl, FeAl ₂ , Fe ₂ Al ₅ , FeAl ₃
Cr	aucun	aucun	aucun	aucun	CrGa ₄ , Cr ₅ Ga ₆ , CrGa, Cr ₃ Ga	aucun	CrAl ₇ , CrAl ₄ , Cr ₄ Al ₁₁ , Cr ₂ Al ₁₁ , Cr ₄ Al ₉ , Cr ₅ Al ₈ , CrAl, Cr ₂ Al
Ni	aucun	aucun	Bi ₃ Ni, BiNi	aucun	NiGa ₄ , Ni ₂ Ga ₃		Ni ₃ Al, Ni ₅ Al ₃ , NiAl, Ni ₂ Al ₃ , Al ₃ Ni

Lors de la formation d'un composé intermétallique M-L, le mécanisme de corrosion va mettre en jeu des phénomènes de diffusion des atomes du métal liquide (L) dans l'alliage solide (M). Il peut être aussi observé des changements de phase du composé formé si la limite de solubilité de l'élément L dans M (puis dans les intermétalliques M-L formés) est atteinte. La vitesse de corrosion va donc dépendre des vitesses de diffusion dans l'alliage solide et des réactions de transformation de phase. Les phénomènes de diffusion et de réaction étant thermiquement activés, une augmentation de la température mène en général, si la nature des phases ne change pas, à une augmentation de la vitesse de corrosion.

La réaction entre des éléments de l'alliage solide et les éléments dissous dans le métal liquide (impuretés).

Les impuretés présentes dans les métaux liquides sont principalement l'oxygène, le carbone, l'azote.

Deux conditions sont nécessaires pour obtenir ce mode de corrosion (le produit de la réaction est solide, sous forme M_xI_y) :

- lorsqu'il existe des composés solides M-I définis ou en solution solide, cette condition est donnée par les diagrammes de phases,
- lorsque la concentration de l'impureté dissoute dans le métal liquide est suffisante pour former le composé M-I, cette condition est donnée par les diagrammes de prédominance de type diagramme d'Ellingham dans le cas de l'oxygène (Figure I.11).

Les diagrammes de prédominance de type $\ln(a_i)$ (avec a_i , l'activité de l'impureté) en fonction de la température (type Ellingham pour l'oxygène, Figure I.11) permettent de déterminer, si les composés identifiés sur les diagrammes de phases sont stables d'un point de vue thermodynamique en fonction de la concentration en impureté dissoute dans le métal liquide et en fonction de la température. Ainsi, ils permettent de dire à partir de quelle teneur en impureté le composé M_xI_y est susceptible de se former.

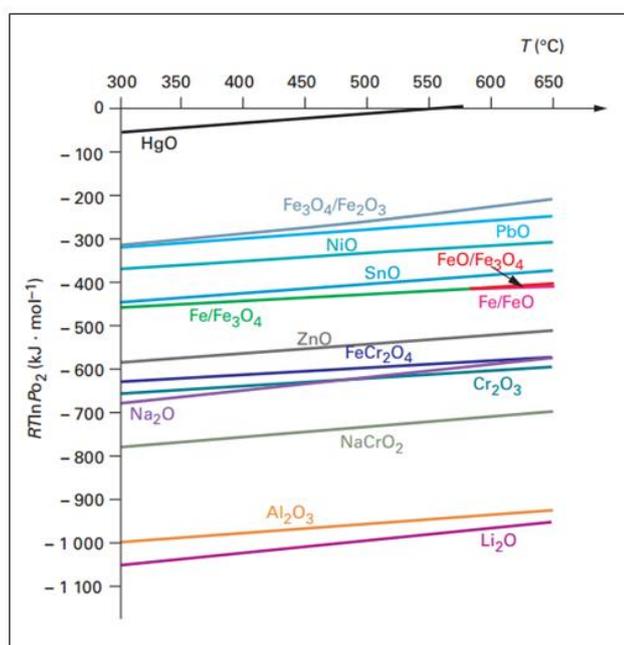


Figure I.11 : Diagramme d'Ellingham [BALBAUD-CELERIER-2013]

L'impureté souvent considérée est l'oxygène et les diagrammes d'Ellingham permettent de déterminer la formation possible d'oxydes suivant le taux d'oxygène présent dans les

métaux liquides. Deux types d'oxydes peuvent se former : 1) des oxydes avec les éléments du métal liquide, 2) des oxydes avec les éléments de l'alliage solide. La teneur en oxygène maximale présente dans un métal liquide est sa limite de solubilité dans le métal liquide c'est-à-dire celle qui engendre la précipitation du métal liquide en oxyde. Ainsi pour un métal liquide donné, on peut déterminer à partir du diagramme d'Ellingham, cette valeur maximale d'oxygène (plus faible pour le lithium que pour le plomb). De plus, connaissant la teneur en oxygène, on peut prévoir quel élément de l'alliage solide peut être oxydé. Notamment, en considérant le métal liquide saturé en oxygène, on peut déterminer si l'alliage solide, généralement un acier, risque d'être oxydé. Pour un acier contenant du Fe-Cr-Ni, dans du lithium liquide aucun oxyde ne pourra se former tandis que dans du zinc liquide, des oxydes à base de fer et de chrome peuvent exister (mais pas l'oxyde de nickel).

Les diagrammes d'Ellingham étant des données thermodynamiques, ils ne prennent pas en compte la cinétique de la formation des oxydes gouvernée par les phénomènes de diffusion et les réactions aux interfaces. Ainsi, c'est l'expérience qui permet de statuer sur l'existence de ce mode de corrosion et la structure des oxydes formés.

La dissolution des éléments de l'alliage solide dans le métal liquide.

Ce mode de corrosion (le produit de l'interaction est liquide et sous la forme M dissous dans le liquide) existe toujours, même si les limites de solubilité des éléments de l'alliage solide dans le métal liquide semblent nulles sur les diagrammes de phases.

Ce mode de corrosion a lieu lorsqu'il y a contact direct entre l'alliage solide et le métal liquide. Il faut donc que les composés obtenus par les deux autres modes de corrosion n'empêchent pas ce contact direct. Ainsi, dans les métaux liquides où l'impureté principale est l'oxygène, la dissolution est possible :

- si les oxydes formés à partir des composés de l'alliage liquide sont plus stables que les oxydes formés à partir des composés du solide (c'est le cas dans les métaux liquides Na, Li, Al et leurs alliages, Figure I.11) ;

- ou si le contrôle de la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide mène à une teneur en oxygène inférieure à celle permettant la formation d'oxydes avec l'alliage solide (cas de Pb, Bi, Zn, Hg).

La dissolution d'un alliage solide dans un métal liquide va dépendre de différents paramètres : la solubilité de ces différents éléments, la vitesse de dissolution des éléments,

la température, les écarts de températures au sein du métal liquide, le volume de métal liquide, la vitesse de circulation du métal liquide, les réactions possibles avec les impuretés (cas du sodium notamment)

Notons que lorsqu'une dissolution homogène a lieu, la surface de l'alliage ne présente pas de couche de corrosion. C'est le cas de la dissolution des aciers Fe-9Cr dans l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène ; aucune couche de corrosion n'est visible à la surface de l'acier (Figure I.12.a) [BALBAUD-CELERIER-2013]. Lorsqu'une dissolution hétérogène a lieu, la surface de l'alliage présente une couche de corrosion comportant les éléments de l'alliage non dissous. La dissolution des aciers austénitiques (Fe-Cr-Ni) dans le plomb et ses alliages et dans le sodium est hétérogène ; une dissolution préférentielle du nickel et du chrome se produit : une couche de corrosion contenant du fer et environ 7% de chrome est observable à la surface de l'acier (Figure I.12.b) [BALBAUD-CELERIER-2013].

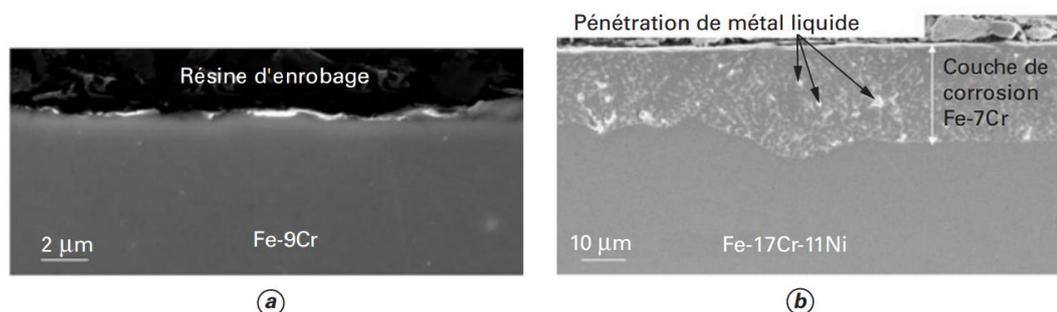


Figure I.12 : Image au microscope électronique à balayage d'une coupe transverse d'un échantillon de : a) Fe-9Cr corrodé 300 h dans l'eutectique Pb-Bi à 470°C (teneur en oxygène égale à 10^{-13} % massique) ; b) Fe-17Cr-11Ni corrodé 2 540 h dans l'eutectique Pb-Bi à 500°C (teneur en oxygène inférieure à 10^{-8} % massique) [BALBAUD-CELERIER-2013]

1.2.2 Fragilisation par les métaux liquides (FML)

La fragilisation par les métaux liquides (FML) est la perte partielle ou totale de ductilité d'un matériau normalement ductile à l'air, lorsqu'il est déformé en présence d'un métal liquide [FERNANDES-1994]. Elle résulte de la conjonction de trois facteurs : le matériau, le métal liquide et l'état mécanique. On conçoit alors que pour une configuration matériau - métal liquide - état mécanique, la variation de l'un des paramètres peut être un facteur critique qui accroît fortement la susceptibilité à la FML ou au contraire l'inhibe totalement. La FML se manifeste macroscopiquement par une

réduction de l'énergie de rupture, de l'allongement à rupture et de la contrainte (ou force) à rupture du matériau. A l'échelle microscopique, la FML se distingue par une rupture entièrement ou partiellement fragile transgranulaire et/ou intergranulaire. L'apparition de la FML va dépendre de nombreux paramètres : température, vitesse de déformation, microstructure du métal solide, chimie du métal liquide...

La température peut sensiblement affecter la susceptibilité d'un matériau métallique à la FML. Une augmentation de température joue en faveur de la ductilité du matériau. La FML a lieu dans une certaine gamme de température. Elle apparaît à partir d'une température de transition (notée T_T) et s'étend sur un domaine appelé puits de ductilité jusqu'à la température de retour à la ductilité (notée T_R), au-dessus de laquelle la fragilisation disparaît (Figure I.13). Ce domaine de température dépend de la composition des deux métaux (solide et liquide), de la structure du métal solide et des conditions expérimentales [JOSEPH-1999].

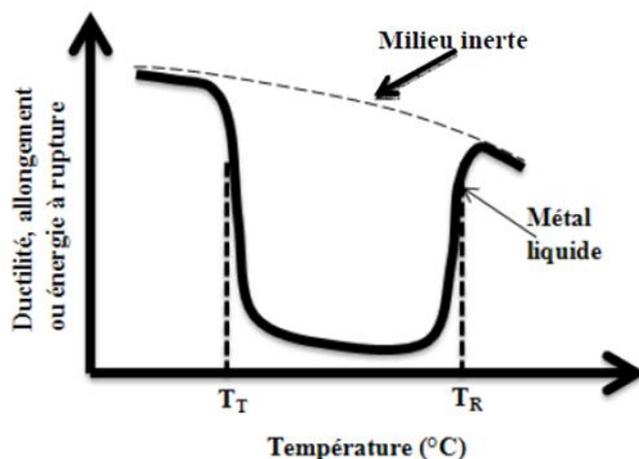


Figure I.13 : Schéma de l'évolution de la ductilité en fonction de la température en présence d'un métal liquide fragilisant – Puits de ductilité [NICHOLAS-1979].

La température T_T est la température la plus basse du puits de ductilité. Il semble qu'elle corresponde à la température de fusion du métal liquide pour certains couples alliages métalliques / métal liquide alors que pour d'autres couples, la FML n'apparaît que pour des températures supérieures à la température de fusion. Dans le cas du fer pur fragilisé par l'indium, la température T_T est de 310°C (soit 1,36 la température de fusion de l'indium) [NICHOLAS-1979]. Il existe aussi les couples où la fragilisation peut avoir lieu à des températures inférieures à la température de fusion du métal fragilisant, ce qui conduit à une fragilisation par les métaux solides qui est contrôlée par la diffusion de surface. Par ailleurs, la largeur et la profondeur du puits de ductilité peuvent varier considérablement d'un système à l'autre en fonction des sollicitations mécaniques

auxquelles est soumis le matériau et, dans une certaine mesure, suivant la vitesse de déformation [NICHOLAS-1979, FERNANDES-1997]. La sévérité de l'endommagement (profondeur du puits) ainsi que le domaine de fragilisation (largeur du puits) augmentent le plus souvent avec la vitesse de déformation.

Conditions nécessaires à l'apparition de la FML

La plupart des auteurs [KAMDAR-1973, FERNANDES-1997, AUGER-2011] ont souligné qu'il existe deux conditions indispensables à l'apparition de la FML : a) le contact intime entre le métal solide et le métal liquide, b) une sollicitation mécanique capable de produire une déformation plastique du métal solide. Ces deux conditions sont exprimées ci-dessous.

Contact intime entre le métal solide et le métal liquide.

On définit le contact intime entre le métal liquide et le métal ou alliage métallique solide comme la mise en contact direct des atomes du métal solide et des atomes du métal liquide. Cela peut supposer, entre autres, l'absence de couche d'oxyde qui peut faire barrière, ou une pénétration des atomes du métal liquide dans l'alliage métallique solide. Le **mouillage** permet d'évaluer la capacité d'un métal liquide et d'un métal solide à cette condition de contact intime, ceci à la surface du matériau (pas de phénomène de pénétration).

Le mouillage représente physiquement le degré d'étalement d'une goutte liquide sur un substrat solide dans un environnement gazeux. La goutte liquide dispersée sur une surface plane, est caractérisée par un angle de contact θ_c . Cet angle (Figure I.14) est lié aux trois tensions interfaciales mises en jeu (les tensions solide-vapeur, solide-liquide et liquide-vapeur) par la loi de Young qui traduit l'équilibre des tensions interfaciales au point triple.

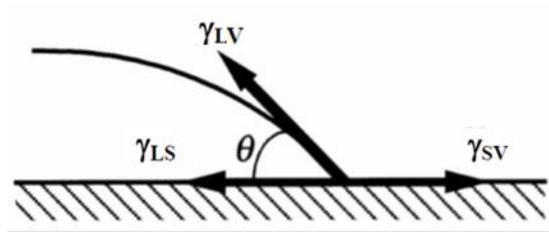


Figure I.14 : Angle de contact à l'équilibre (point triple entre les trois phases: vapeur-solide-liquide).

La loi de Young s'écrit :

$$\gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta_C - \gamma_{SV} = 0 \quad (\text{Eq. I.6})$$

où γ_{SL} , γ_{LV} , et γ_{SV} sont les tensions de surface en N/m, respectivement aux interfaces solide/liquide, liquide/vapeur et solide/vapeur, θ_C est l'angle de contact en °.

L'angle de contact traduit la compétition entre les énergies de cohésion qui existent entre les molécules au sein du liquide et les forces d'adhésion entre le liquide et le solide. Ils existent deux configurations de mouillage. Si la tension solide-vapeur est plus élevée que les tensions interfaciales liquide-solide et liquide-vapeur, il est plus favorable énergétiquement de remplacer l'interface solide-vapeur par les deux autres : une interface liquide-solide et une interface liquide-vapeur. L'angle de contact est alors nul et le liquide est parfaitement mouillant pour la surface (Figure I.15.a). Si la tension solide-vapeur est inférieure à la somme des deux autres tensions, alors la goutte ne s'étale pas totalement, l'angle de contact est strictement compris entre 0 et 180° et le mouillage est partiel (Figure I.15.b). C'est ce cas qui est le plus fréquent.

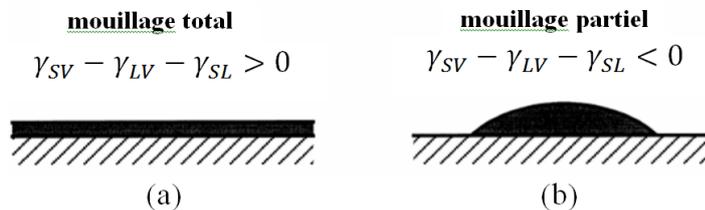


Figure I.15 : Mouillage d'un support solide par un liquide. a) mouillage total ; b) mouillage partiel.

Le contact entre les atomes du métal solide et du métal liquide se fait soit au niveau de la surface (le paramètre étudié est le mouillage), soit par la pénétration du métal liquide et notamment la pénétration aux joints de grains, effet discuté ultérieurement.

Sollicitation mécanique à laquelle est soumis le métal solide.

Le rôle de la contrainte sur la FML, dans le cas des systèmes sous sollicitation, reste encore mal compris. En général, lorsqu'une contrainte est appliquée, la FML pour la majorité des couples solide/liquide peut se produire pour tous types de sollicitation mécanique (traction simple, flexion, torsion, etc.).

Il existe deux cas :

- l'apparition de la FML est conditionnée par l'application d'une contrainte et un contact intime entre le matériau solide et le métal liquide,
- la fragilisation a lieu suite à 1) une immersion sans contrainte dans le métal liquide (ce qui favorise une pénétration souvent intergranulaire, du métal liquide) et 2) l'application d'une contrainte.

Il existe des exceptions, pour lesquelles le métal solide est fragilisé par le métal liquide avec ou sans application ultérieure d'une contrainte. On peut citer l'exemple du cuivre fragilisé le bismuth ceci du fait de la pénétration du bismuth liquide aux joints de grains, sans contrainte appliquée [JOSEPH-1998]. Cependant dans la majorité des cas, une contrainte mécanique est nécessaire à la FML.

1.2.3 Pénétration intergranulaire par les métaux liquides

Sous certaines conditions, le contact direct entre un matériau solide et un métal liquide en l'absence de contrainte appliquée, permet la présence d'atomes du métal liquide aux joints de grains d'un matériau solide. Ce phénomène est connu comme pénétration intergranulaire. Le rôle de la pénétration intergranulaire a été considéré par Gordon pour expliquer l'amorçage des fissures sous contrainte [GORDON-1982]. Par ailleurs, un certain nombre d'auteurs ont mis en évidence une pénétration de métal liquide le long des joints de grains d'un métal solide en l'absence de contrainte extérieure [JOSEPH-1998, MARIE-2003, LAPORTE-2005]. Il est possible que la pénétration intergranulaire se déroule en présence d'une contrainte appliquée suffisamment faible pour qu'elle ne conduise pas à l'ouverture mécanique des joints de grains pénétrés et donc au déplacement de l'interface matériau solide / métal liquide.

Le mouillage intergranulaire entre le matériau solide et le métal liquide est défini thermodynamiquement comme étant l'équilibre entre les tensions interfaciales du joint

de grains et du métal liquide [NEINDRE-1993]. Il est caractérisé par un angle dièdre Θ qui est l'angle entre les deux lèvres du joint de grains en contact du métal liquide (Figure I.16), donné par la relation suivante :

$$\gamma_{JG} = 2 \times \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \gamma_{SL} \quad (\text{Eq. I.7})$$

où γ_{JG} est l'énergie de surface du joint de grains et γ_{SL} est l'énergie d'interface solide/liquide.

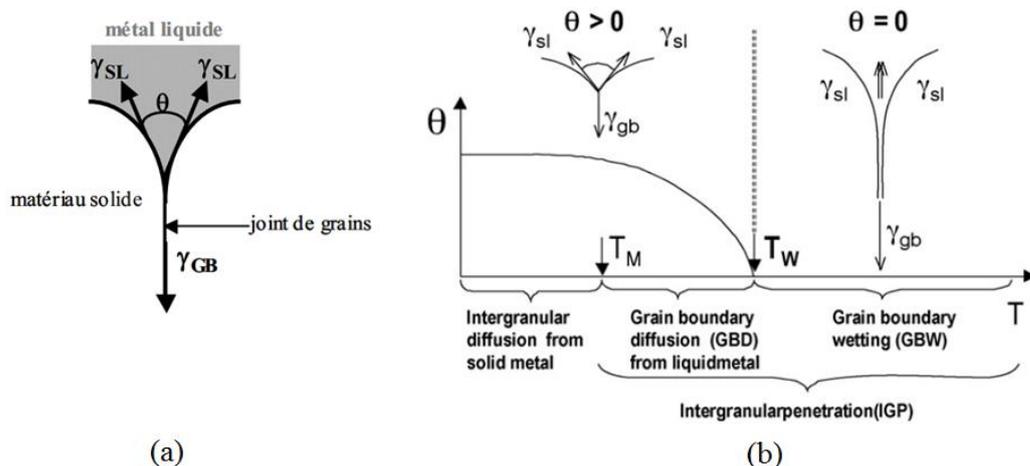


Figure I.16 : a) Equilibre interfacial entre le matériau solide et le métal liquide ; b) évolution de l'angle dièdre des joints de grain (Θ) en fonction de la température.

Ainsi suivant la nature des grains et la température, différentes situations peuvent avoir lieu. Notamment dans le cas de mouillage (haute température) et de diffusion du métal liquide aux joints de grains, une pénétration intergranulaire a lieu et peut entraîner avec ou sans contrainte une fragilisation du matériau.

I.2.4 Endommagement accéléré par les métaux liquides (EAML)

L'Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML) est un phénomène de rupture accélérée par les métaux liquides, qui augmente la vitesse de propagation des fissures, tout en préservant le caractère ductile du matériau endommagé. La rupture fragile n'est alors pas observée. L'EAML peut se manifester lors de sollicitation monotone de même que lors de sollicitation cyclique. O. Hamdane [HAMDANE-2012] a montré que l'acier T91 en présence de sodium liquide, à 200°C, pour une vitesse de déplacement de 0,05 mm/min présente une rupture prématurée à échelle macroscopique par rapport à ce qui est observé à l'air (Figure I.17.a). Par contre, l'observation des faciès

de rupture au MEB a révélé un comportement ductile du matériau dans les deux milieux (Figures I.17 c et b).

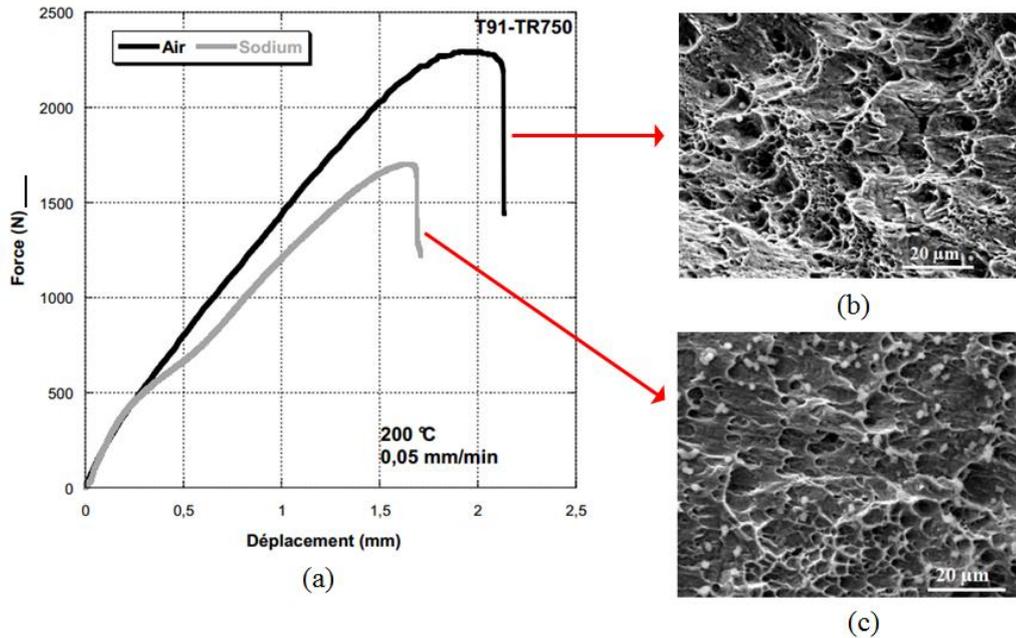


Figure I.17 : a) Courbes Small Punch Test de l'acier T91 obtenues à l'air et en présence de sodium liquide, à 200°C et à 0,05 mm/min; b) faciès de rupture à l'air, c) faciès de rupture dans le sodium liquide [HAMDANE-2012].

I.3 L'acier T91 : microstructure et propriétés mécaniques à l'air

I.3.1 Conception de l'acier T91

A partir des années 1930, l'acier 2,25%Cr1%Mo a été utilisé dans l'industrie pétrolière pour sa ductilité, sa bonne résistance à la traction et au fluage à températures supérieures à 454°C. Néanmoins, sa ténacité et sa durée de vie en fluage diminuent sensiblement quand il est exposé autour de 540°C pendant de longues périodes [CHERUVU-1988]. En 1936, afin d'augmenter sa résistance à la corrosion, l'acier 9Cr-1Mo a été élaboré. Cet acier a été utilisé depuis 1960 pour le programme de développement de l'énergie nucléaire en Grande-Bretagne pour la fabrication de tuyauteries. Il a donné d'excellents résultats en service à hautes températures de l'ordre de 550°C. Un de ses avantages par rapport au 2.25% Cr est qu'il présente une microstructure constante sur de larges sections et donc des propriétés mécaniques constantes [RAJ-2004]. Les propriétés mécaniques de l'acier 9Cr-1Mo ont été améliorées dans les années 1950 avec l'addition du niobium et du

vanadium (9%Cr1%MoNbV), sous la désignation 9%Cr%1Mo modifié. Il a été utilisé pour l'industrie française sous la désignation EM12. Vingt ans plus tard (à la fin des années 1970), l'acier P91 a été créé par l'industrie nucléaire des États-Unis en optimisant les teneurs en Nb et V. Cet acier possède une meilleure résistance au fluage sous irradiation par rapport à l'EM12 [ORR-1992, FUJITA-2000]. Un résumé de l'évolution des nuances d'acier martensitique à 9-12% Cr est représenté Figure I.18.

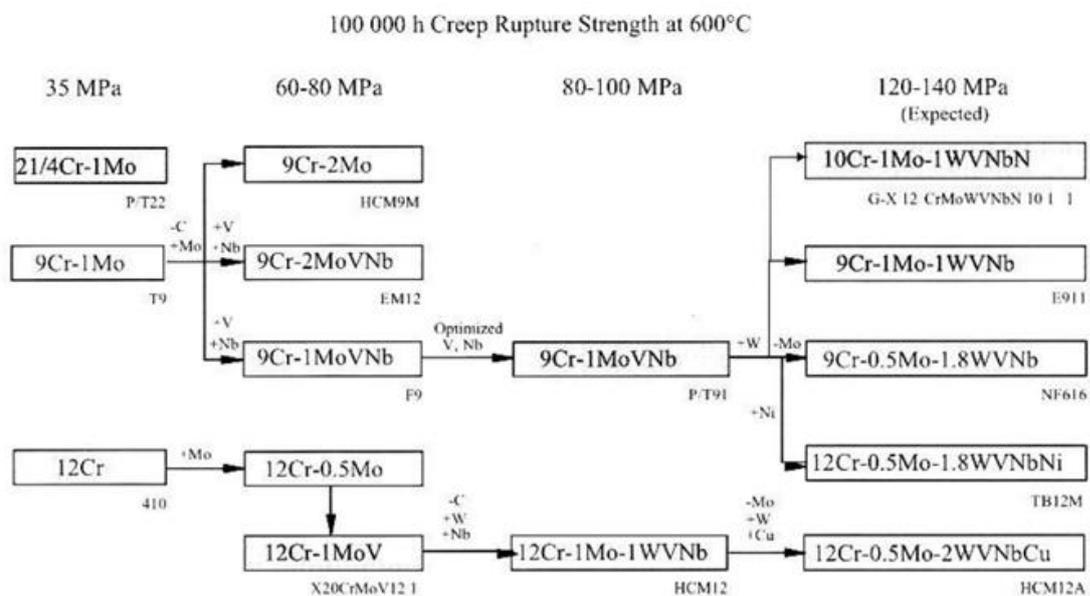


Figure I.18: Evolution des nuances d'aciers à 2,25-12%Cr [CERJAK-1999].

I.3.2 Microstructure de l'acier T91

L'acier martensitique T91 est un des alliages candidats sélectionnés pour la fabrication de différents composants (échangeur de chaleur...) des réacteurs hybrides qui utilisent l'eutectique plomb bismuth liquide comme cible de spallation et comme fluide caloporteur. Il a été choisi car, en plus de sa bonne résistance à la fluence et sa bonne tenue sous radiation, il possède un faible coefficient d'expansion thermique, une bonne conductivité thermique et une bonne résistance à la corrosion par dissolution dans l'eutectique Pb-Bi, en partie due à la présence de chrome. De fait, le chrome est un élément d'addition qui, en plus de contribuer à l'amélioration de la résistance à l'usure et à l'abrasion, permet d'obtenir une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion [TOTTEN-2006, SHORT-2010].

Pour obtenir un acier martensitique au chrome, il est nécessaire de disposer d'une phase stable, austénitique à haute température. Le diagramme de phases fer-chrome de la Figure

Les diagrammes de Transformation en Refroidissement Continu (T.R.C.) représentent les domaines de température caractéristiques des différentes phases qui apparaissent lors de refroidissements à vitesses variables, depuis le domaine monophasé austénitique à haute température. La vitesse de refroidissement de l'austénite est le paramètre qui contrôle la nature de la microstructure. Le diagramme TRC de l'acier T91 (Figure I.21), reporte qu'à partir d'une austénitisation d'une heure à 1050°C, suivie d'un refroidissement à l'air en dessous de 400°C, il est possible d'obtenir une microstructure complètement martensitique. Lors de l'austénitisation, la taille de grains est d'environ 20µm et des précipitations primaires non dissoutes de type MX sont présentes aux anciens joints de grains austénitiques.

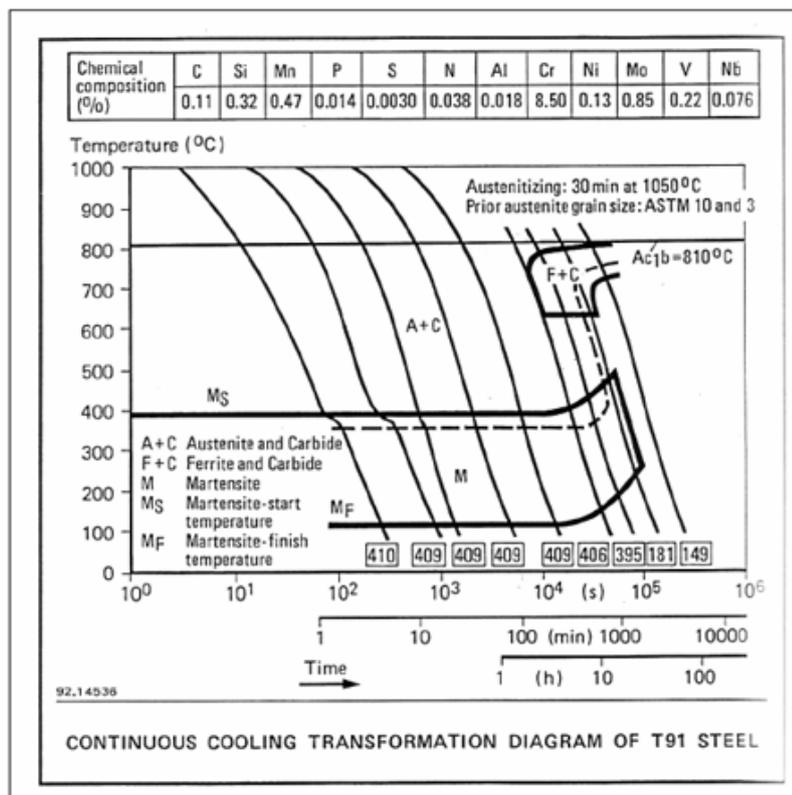


Figure I.21 : Diagramme TRC de l'acier T91 [RASCHE 1992]

Le refroidissement rapide de l'austénite cubique faces centrées (CFC) permet le passage à la martensite quadratique centrée, grâce à un rétrécissement suivant l'axe a_3 , et une expansion de même ampleur selon les deux axes a_1 et a_2 (Figure I.22) [BHADESHIA-2001, VIVIER-2009]. Les atomes de carbone restent piégés dans leurs sites interstitiels et occupent certaines arêtes du cube de la maille CC. La structure martensitique formée contient une importante densité de dislocations.

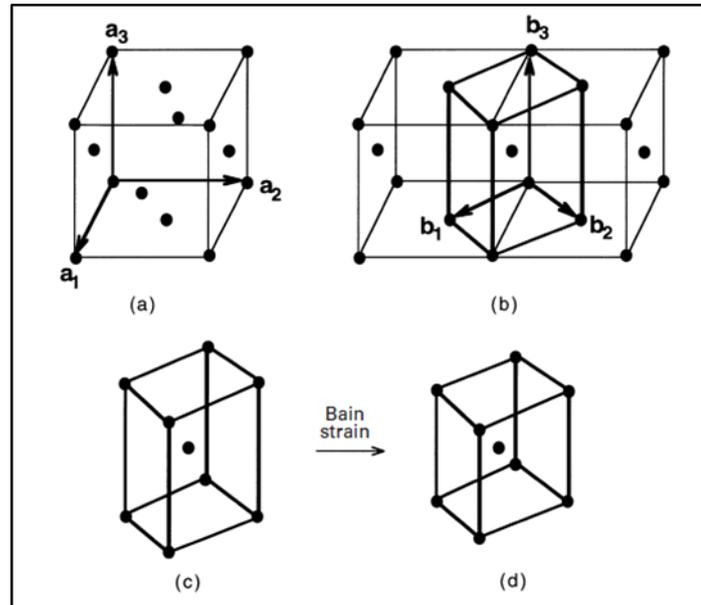


Figure I.22 : Transformation martensitique : a) et b) mailles CFC de l'austénite ; c) maille tétragonale centrée de l'austénite et d) Maille quadratique centrée de la martensite [BHADESHIA-2001].

Après la trempe, la martensite doit subir un traitement de revenu, afin d'obtenir une bonne combinaison entre résistance mécanique et ductilité de l'alliage. Selon la température de revenu, la taille et la distribution des précipités changent. Par contre, la taille des anciens grains austénitiques reste constante. Le revenu standard de l'acier T91 comprend un maintien d'une heure à 750 °C, suivi d'un refroidissement à l'air. La microstructure comprend alors les grains austénitiques initiaux colonisés par des blocs et des paquets de lattes. La taille moyenne des lattes de martensite de l'acier T91 a été évaluée à $6.5 \pm 0.7 \mu\text{m}$ [KELLER-2010], mesures cohérentes avec d'autres résultats [SENIOR-1986, JONES-1991, VIVIER-2009]. Lors du revenu, des carbures de type $M_{23}C_6$ précipitent au niveau des joints des anciens grains d'austénite et des joints de lattes de martensite. De plus, il se forme de nouvelles particules de type MX et M_4C_3 (Figure I.23).

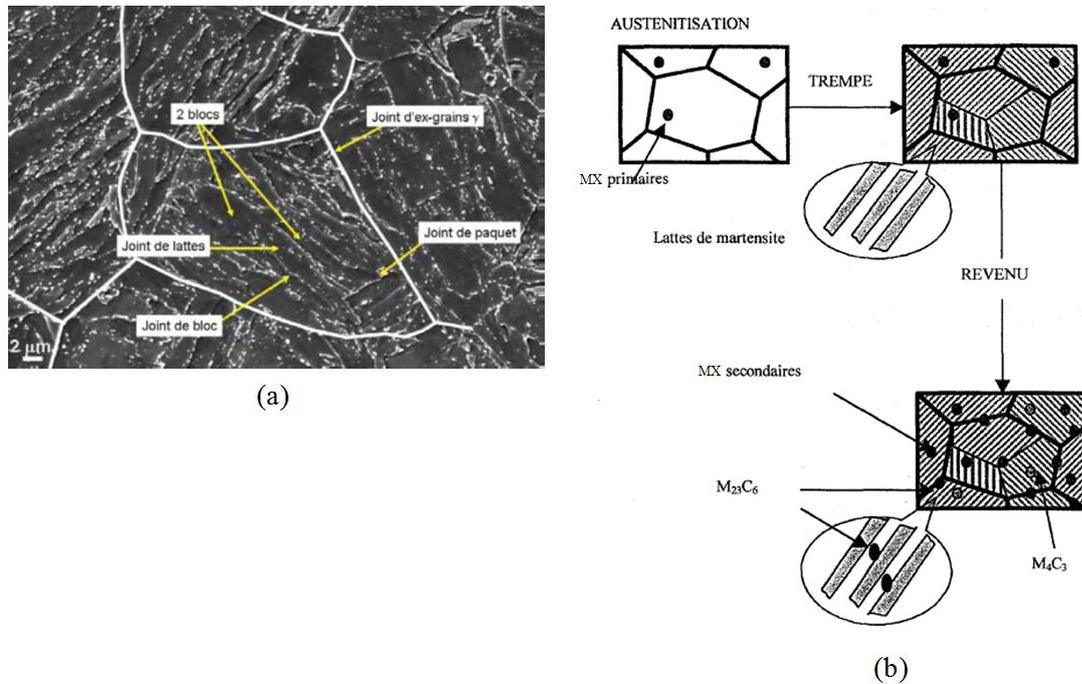


Figure I.23 : a) Anciens grains austénitiques colonisés par des lattes de martensite [VIVIER-2009]; b) schéma de la modification de la microstructure et de l'état de précipitation de l'acier T91 lors du traitement thermique standard.

L'effet de ce traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques dépend essentiellement des phénomènes de précipitation et de restauration du réseau des dislocations. Les carbures formés lors du revenu sont souvent instables du point de vue thermodynamique. Ils ont tendance à coalescer, ce qui est préjudiciable à la résistance du matériau. Pour limiter ce phénomène, il est nécessaire d'introduire des éléments carburigènes capables de stabiliser les précipités comme le molybdène, le vanadium, le niobium ou le titane. Ces éléments permettent d'obtenir des précipités primaires de type MX [BRACHET-1991, AGHAJANI-2009]. Ils précipitent préférentiellement dans les enchevêtrements de dislocations à l'intérieur des lattes en épinglant les dislocations, et au niveau de joints de grains. Les caractéristiques principales des précipités présents dans l'acier T91 sont citées au Tableau I.2.

Tableau I.2 : Caractéristiques principales des précipités présents dans l'acier T91

[AGHAJANI-2009]

Précipités Primaires MX	Se forment durant	Sites préférentiels	Caractéristiques	Paramètre de maille (nm)
NbC / NbN	Solidification, trempe	Enchevêtrements des dislocations à l'intérieur des lattes, et joints de grains	Très stables, de structure CFC type NaCl, durcissent l'acier en épinglant les dislocations, et retiennent le grossissement des grains	0,439-0,447
VC / VN				0,417-0,413
TiC - TiN				0,433-0,424
Précipités secondaires				
M ₂₃ C ₆	Revenu	Joints de grains austénitiques et joints de lattes	Structure CFC, contribuent au durcissement structural de l'acier et augmentent la résistance au fluage, leur vitesse de croissance est moyenne	1,057-1,068
M ₂ XCr ₂ N	Revenu au-dessous de 700 °C	A l'intérieur des sous-grains, lattes, et enchevêtrements de dislocations	Dissolution durant le fluage à haute température	-
MX(VN)	Revenu au-dessus de 700 °C			Grande stabilité durant le fluage

L'acier T91 a été conçu pour produire une microstructure totalement martensitique grâce à l'optimisation de la composition chimique (Figure I.24) [SWINDEMAM-2004].

Chemical composition range for wrought Grade 91

Element	Weight (%)
C	0.08–0.12
Mn	0.30–0.60
P	0.020 max
S	0.010 max
Si	0.20–0.50
Cr	8.00–9.50
Mo	0.85–1.05
Ni	0.4 max
V	0.18–0.25
Nb	0.06–0.10
N	0.030–0.070
Al	0.04 max

Figure I.24 : Gamme de la composition chimique de l'acier T91 [SWINDEMAM-2004].

En ce qui concerne l'acier T91, le traitement thermique standard recommandé défini par la norme ASTM A335 (*Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy-Steel Pipe for High-Temperature Service. ASTM International A335/A335M – 11 (2012)*) est :

- une mise en solution dans un intervalle de température compris entre 1040-1080°C pendant 1 heure, suivie d'une trempe à l'air pour avoir une structure entièrement martensitique puis,
- un revenu dans un intervalle de température compris entre 730°C et 800°C pendant 1 heure.

I.3.3 Propriétés mécaniques de l'acier T91 à l'air

Propriétés monotones de l'acier T91 à l'air

Les propriétés mécaniques en traction à l'air à 20°C, 300°C et 538°C de l'acier T91 ayant subi le traitement thermique standard, sont reportées au Tableau I.3 [EBI-1984, VERLEENE-2005]. Conformément aux effets de température sur les caractéristiques mécaniques, la limite d'élasticité (R_e) et la résistance mécanique (R_m) diminuent avec l'augmentation de la température alors que le coefficient de striction et l'allongement à rupture augmentent. Ces effets sont surtout visibles entre 300°C et 538°C et quasi inexistant entre 20°C et 300°C.

Table I.3 : Propriétés mécaniques de l'acier T91 à l'air

Température (°C)	R_m (MPa)	R_e (MPa)	A (%)	Z (%)
20	650	480	24,5	73
300	570	450	20	78
538	386	352	33	85

La rupture est de type cône et cratère avec la présence de cupules typiques d'une rupture ductile (Figure I.25).

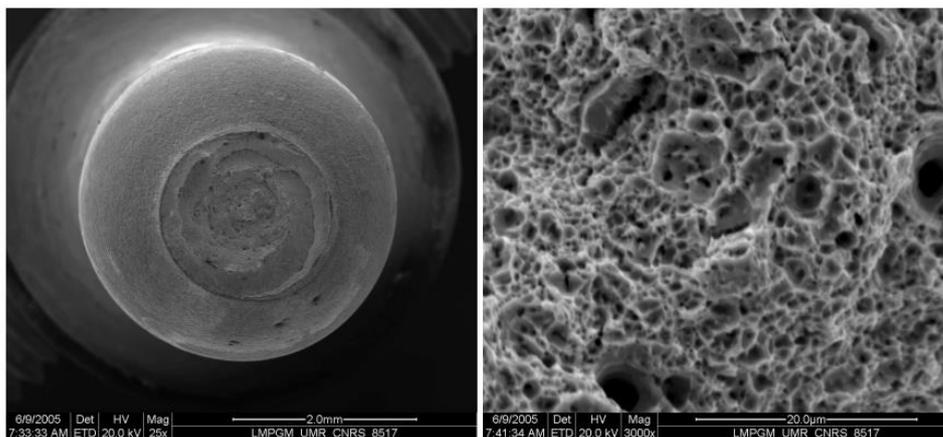


Figure I.25 : Observation au MEB de l'acier T91 après un essai de traction à l'air, à 300°C [VERLEENE-2005].

L'influence de la température d'essai sur les propriétés mécaniques à l'air de l'acier T91 ayant subi le traitement thermique standard a été étudiée en utilisant la technique SPT (Small Punch Test), dans une plage de température entre 200°C et 400°C, à une vitesse de déplacement de 0,5 mm / min [YE-A-2014]. Les courbes force-déplacement obtenues

lors des essais montrent une importante déformation plastique pour toutes les températures d'essai (Figure I.26). Le changement des propriétés mécaniques, telle que la charge maximale (F_{max}), est peu visible pour des températures supérieures à 250°C. La valeur maximale de F_{max} est atteinte à 200°C. Le déplacement à la charge maximale ($d_{F_{max}}$) n'est pas sensible à la température.

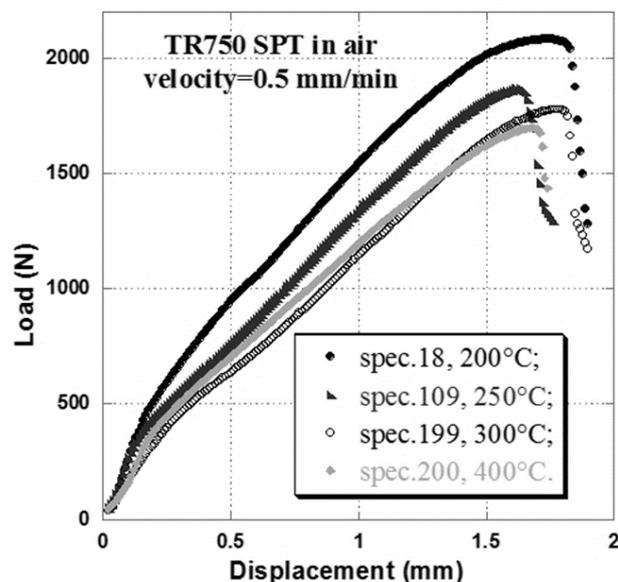


Figure I.26 : Courbes SPT de l'acier T91 à l'air pour différentes températures, à vitesse de déplacement de 0,5 mm / min [YE-A-2014].

Des essais Charpy ont permis de montrer que l'acier T91 présente une température de transition ductile-fragile (TTDF) autour de -60°C / -30°C (Figure I.27) [MOITRA-2004, DAI-2005].

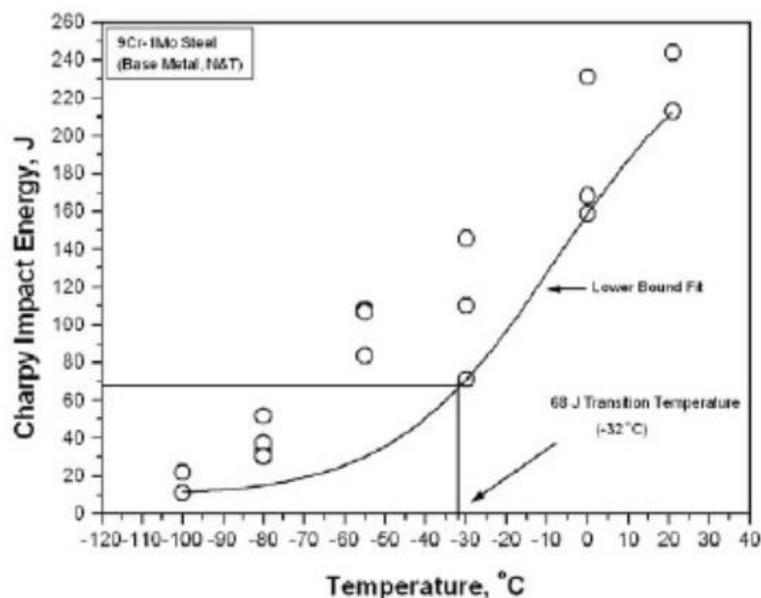


Figure I.27 : Energie de résilience en fonction de la température de l'acier T91 [MOITRA-2004].

Pour Moitra, en-dessous de -30°C , l'acier T91 présente un comportement fragile qui se manifeste macroscopiquement par une chute des propriétés mécaniques et microscopiquement par un faciès de rupture présentant des décohésions intergranulaires et du clivage.

Comportement en fatigue de l'acier T91 à l'air

Le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à l'air a été étudié par de nombreux auteurs : [EBI-1984], [KIM-1988], [PARK-2001], [NAGESHA-2002], [KALKHOF-2003], [SHANKAR-2004], [VERLEENE-2005]. Dans cette partie nous allons citer quelques recherches pour lesquelles l'accommodation cyclique et l'influence de la température ont été évaluées.

La réponse cyclique de l'acier T91 à 500°C sollicité à l'air, pour différentes amplitudes de déformation totale (0.25%, 0.4%, 0.6%, 1.0%), à une vitesse de déformation de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a été évaluée (Figure I.28) [NAGESHA-2002]. Les résultats montrent un léger durcissement initial suivi d'un adoucissement continu jusqu'à la chute de la charge. L'intensité de l'adoucissement dépend de la déformation imposée lors de l'essai. Ces résultats sont conformes à toutes les recherches qui ont été faites à ce sujet.

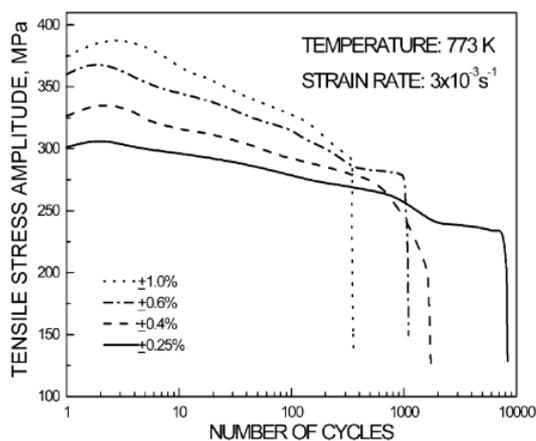


Figure I.28 : Comportement cyclique de l'acier T91 à l'air, à 500°C pour différentes amplitudes de déformation totale imposée [NAGESHA-2002].

Le durcissement initial est expliqué par l'un des effets individuels ou combinés suivants: (1) interaction mutuelle entre dislocations, (2) formation de précipités fins au niveau des dislocations lors de l'essai, et/ou (3) vieillissement dynamique (DSA) comme conséquence de l'interaction entre les dislocations et les atomes du soluté. Lors des essais,

à des températures plus élevées, la formation de précipités fins au niveau des dislocations pourrait favoriser le durcissement cyclique initial [NAGESHA-2002, SHANKAR-2004]. L'adoucissement cyclique est une caractéristique typique des aciers martensitiques type 9Cr ou 12Cr. Différents mécanismes [EBI-1984, KIM-1988, PARK-2001, NAGESHA-2002] ont été proposés pour expliquer l'adoucissement cyclique de ces alliages: 1) annihilation des dislocations introduites pendant la transformation martensitique, 2) modification de la structure initiale des lattes en cellules ou sous-grains équiaxes, 3) dégradation de la résistance due à un grossissement des précipités, 4) substitution de paires Mo-C par des amas Mo-C-Mo entraînant une perte de durcissement par solution solide, 5) réduction de la contrainte associée à la formation de la couche d'oxyde pendant la déformation.

Nagesha et Shankar [NAGESHA-2002, SHANKAR-2004] ont étudié l'influence de la température d'essai sur l'accommodation cyclique de l'acier T91 sollicité à l'air pour une plage de température comprise entre 300°C et 600°C, à une amplitude de déformation totale $\epsilon_{ta} = 0.6\%$ et une vitesse de déformation égale à $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (Figure I.29). Les niveaux de contrainte diminuent avec l'augmentation de la température. Cette diminution est liée à l'activation thermique de la déformation plastique des matériaux, ce qui facilite le déplacement des dislocations et favorise leur annihilation. L'adoucissement cyclique semble peu affecté par l'augmentation de la température entre 300°C et 600°C.

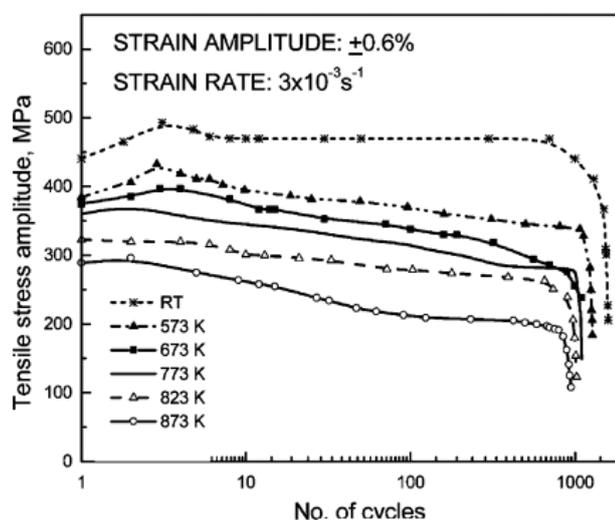


Figure I.29 : Influence de la température sur le comportement cyclique de l'acier T91 à l'air, pour une amplitude de déformation totale $\epsilon_{ta} = 0.6\%$ et à une vitesse de déformation égale à $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [NAGESHA-2002].

La durée de vie en fatigue de l'acier T91 diminue avec l'augmentation de la température. Cette diminution est plus importante à bas niveau de déformation. La Figure I.30 montre

que la réduction de la durée de vie de l'acier T91 à 300°C par rapport à 20°C, n'est pas affectée pour les niveaux de déformation supérieurs à 1%, par contre, à 0.6% de déformation le nombre de cycles à rupture diminue [VERLEENE-2005].

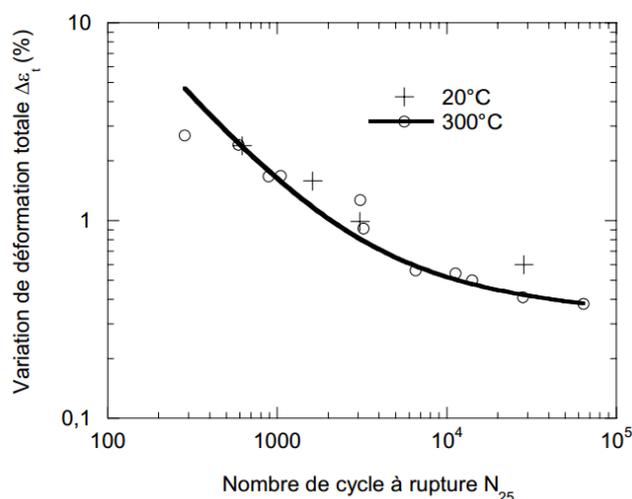


Figure I.30 : Comparaison des durées de vie de l'acier T91 à 20°C et 300°C, à l'air [VERLEENE-2005].

Pour des températures élevées, la réduction de la durée de vie peut être liée à l'oxydation du matériau. Lors de la déformation cyclique, la formation des couches d'oxyde diminue la réversibilité des glissements, ce qui favorise l'amorçage de fissures par fatigue [PARK-2001]. Ebi [EBI-1984] a montré que la durée de vie de l'acier T91 à 538°C est plus faible à l'air que sous vide.

I.4 L'eutectique plomb-bismuth liquide

Les métaux lourds tels que le plomb ou le liquide eutectique plomb-bismuth (45% massique Pb et 55% massique Bi) ont été proposés et étudiés aux Etats Unis comme fluide de refroidissement pour les réacteurs à neutrons rapides (RNR) depuis les années 1950, même si très rapidement le choix s'est orienté vers des réacteurs rapides refroidis au sodium. Les russes ont aussi abondamment étudié les propriétés physico-chimiques de l'eutectique Pb-Bi et du plomb ainsi que leurs interactions avec les aciers car l'eutectique Pb-Bi constituait le liquide de refroidissement des réacteurs utilisés par leurs sous-marins nucléaires de type « alpha » et plus récemment le plomb pour le RNR russe BREST (pour Pb-Cooled fast reactor) et l'eutectique Pb-Bi pour le projet LBE-cooled SVBR (pour lead-bismuth fast reactor). Ainsi, l'expérience russe sur la technologie des métaux liquides Pb

et eutectique Pb-Bi a guidé, pour les réacteurs hybrides, le choix du matériau de la cible de spallation vers l'eutectique Pb-Bi, notamment pour la cible de spallation MEGAPIE (MEGAwatt Pilot Experiment) et pour le projet d'ADS MYRRHA (Multi-purpose Hybrid Research Reactor for High-tech Applications).

Les critères de sélection pour l'utilisation des fluides et gaz comme moyen de transfert de chaleur dans un environnement nucléaire sont les suivants [HANDBOOK-2015] :

- critères neutroniques en rapport avec le spectre rapide nécessaire pour la formation de neutrons, la conversion, et la transmutation des actinides ; le liquide de refroidissement devrait avoir :
 - ✓ une faible section transversale (cross-section) (pour une petite perte parasite de neutrons),
 - ✓ une section transversale de grande diffusion (high scattering cross-section) (pour une faible fuite de neutrons du noyau),
 - ✓ une petite perte d'énergie par collision (pour un faible effet sur le spectre neutronique),
 - ✓ une température d'ébullition élevée (pour éviter les effets de l'ébullition du liquide de refroidissement) ;
- critères en terme de matériaux :
 - ✓ une corrosion acceptable et peu de dégradation mécanique des matériaux en contact avec le métal liquide, vis-à-vis de la durée de vie de l'équipement,
 - ✓ une grande stabilité du métal liquide c'est-à-dire des réactions chimiques limitées avec les liquides de refroidissement secondaires et avec l'air, pas de formation de produits secondaires ;
- critères thermo-hydrauliques:
 - ✓ une exigence d'énergie pour faire circuler le métal liquide,
 - ✓ un coefficient de transfert de chaleur élevé ;
- critères de sécurité:
 - ✓ des risques chimiques et radioactivité contrôlables,
 - ✓ des systèmes et mesures de sécurité simples et fiables,
- critère économique.

Le Tableau I-4 récapitule les principales caractéristiques des fluides et gaz pouvant être utilisés pour le refroidissement.

Tableau I-4 : Caractéristiques des fluides et gaz de refroidissement [HANDBOOK-2015]

Coolant	Atomic mass (g/mol)	Relative moderating power	Neutron absorption cross-section (1 MeV) (mbarn)	Neutron scattering cross-sections (barn)	Melting point (°C)	Boiling point (°C)	Chemical reactivity (with air and water)
Pb	207	1	6.001	6.4	327	1737	Inert
LBE	208	0.82	1.492	6.9	125	1670	Inert
Na	23	1.80	0.230	3.2	98	883	Highly reactive
H ₂ O	18	421	0.1056	3.5	0	100	Inert
D ₂ O	20	49	0.0002115	2.6	0	100	Inert
He	2	0.27	0.007953	3.7	-	-269	Inert

Il apparaît que les métaux liquides tel que le plomb et l'eutectique Pb-Bi (noté LBE dans le tableau) ont des caractéristiques neutroniques intéressantes concernant leur emploi comme fluide caloporteur ou cible de spallation. De plus, leur bas point de fusion et un point d'ébullition élevé sont des éléments de sécurité importants car ils éliminent d'une part les problèmes associés à la pressurisation et l'ébullition, et d'autre part le risque de solidification non contrôlé. Par comparaison avec le sodium et du point de vue des propriétés physico-chimiques, les éléments Pb et Bi sont relativement inertes chimiquement et surtout ne réagissent pas de manière explosive ni avec l'air, ni avec l'eau. Ainsi, vis-à-vis du sodium, le plomb et l'eutectique Pb-Bi apparaissent intéressants en terme de sécurité.

Le diagramme Pb-Bi (Figure I.31) établi par N. A. Gokcen en 1992 donne les caractéristiques suivantes :

- température de fusion du bismuth = 271,442°C (544,592K),
- température de fusion du plomb = 327,502°C (600,652K),
- point eutectique à 45,0 % mass Pb et $T_{\text{melt Pb-Bi}} = 125.5^\circ\text{C}$ (398,65K),
- point péritectique à 71,0 % mass Pb et 187°C (460,15K),
- limites supérieures de la solubilité des éléments à l'état solide : 22% Bi en Pb et 0,5 % Pb en Bi,
- phase de composé intermétallique (région ϵ -phase).

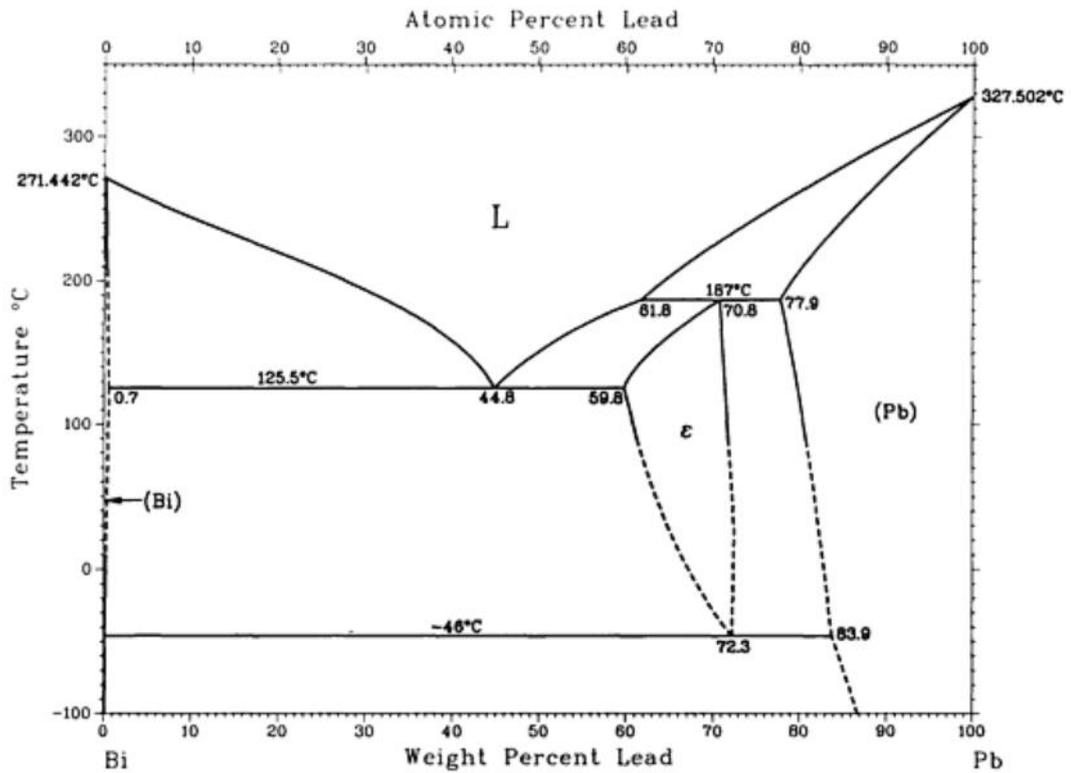


Figure I.31 : Diagramme de phases Pb-Bi [HANDBOOK-2015]

La température de fusion de l'eutectique Pb-Bi (125°C) est nettement inférieure à celle des métaux purs plomb (327°C) et bismuth (271°C). Cette basse température de fusion a été l'un des arguments favorables au choix de l'eutectique Pb-Bi.

Les principales propriétés physico-chimiques du plomb pur, du bismuth pur et de l'eutectique Pb-Bi sont mentionnées au Tableau I.5.

Le point de fusion de l'eutectique est bas (125°C) et son point de vaporisation au contraire est élevé (1670°C). L'eutectique Pb-Bi possède aussi une tension de vapeur basse, une densité élevée et une bonne capacité calorifique. Du point de vue des propriétés nucléaires, l'eutectique Pb-Bi a un bon rendement de spallation. Il produit 28 neutrons par réaction de spallation impliquant un seul proton d'énergie égale à 1 GeV. De plus, sa section efficace d'absorption des neutrons est faible et il constitue un matériau faiblement modérateur ce qui permet d'obtenir un spectre neutronique rapide idéal pour transmuter les actinides mineurs (Am, Np, Cm). Ces différentes propriétés lui permettent de produire un large spectre d'énergie des neutrons afin de transmuter une plus large gamme d'éléments.

Tableau I.5 : Principales propriétés physico-chimiques du plomb pur, du bismuth pur et de l'eutectique Pb-Bi [IAEA-2002]

Propriétés	Pb	Bi	Eutectique Pb-Bi
Numéro atomique	82	83	
Masse atomique	207,2	208,98	
Température de fusion (°C)	327,4	271,4	125
Température de vaporisation (°C)	1745	1552	1670
Chaleur molaire de fusion (kJ/mol)	5,1	11,4	8,07
Chaleur molaire de vaporisation (kJ/mol)	178	178	178
Capacité calorifique (kJ/kgK) à 450°C	147,3	150	146
Conductivité thermique (W/mK) à 450°C	17,1	14,2	14,2
Densité (kg/m ³) à 20°C A 450°C	10520	9854	10150 $\rho = 11060 - 1,22T$ [18]
Changement de volume solide/liquide %	+3,6	-3,3	$\approx +0,5$
Viscosité cinématique (m ² /s) à 450°C	$1,9 \times 10^{-7}$	$1,3 \times 10^{-7}$	$1,4 \times 10^{-7}$ $\eta = 5,37 \times 10^{-3} - 8,92 \times 10^{-6}T + 4,71 \times 10^{-9}T^2$ [18]
Nombre de Prandtl à 450°C	0,0174	0,0135	0,0147
Tension de surface (mN/m) à 450°C	480	370	392

Cependant, l'eutectique Pb-Bi liquide comme cible de spallation ou fluide calorporteur présente deux inconvénients :

- la formation d'oxydes,
- l'effet corrosif qu'il cause sur les matériaux de structure.

L'oxyde le plus stable formé en plomb liquide est le PbO et en bismuth liquide le Bi₂O₃. A travers le diagramme de phase calculé par I. Diop [DIOP-2009] (Figure I.32), il apparaît que différents oxydes mixtes peuvent être formés. Cependant, peu de diagrammes ternaires Pb-Bi-O ont été établis. Cependant, le diagramme partiel de phase du système Pb-Bi-O établi à 823 K (550 °C) [GANESAN-2008] (Figure I.33) montre la formation possible des différents types d'oxydes.

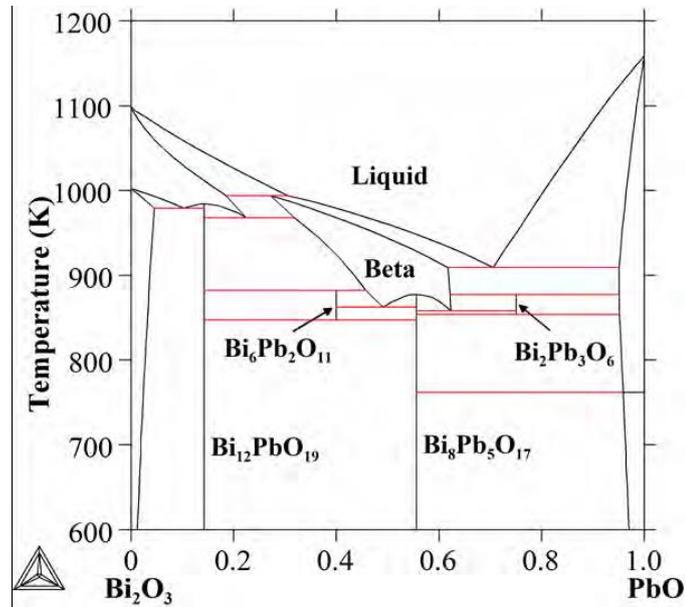


Figure I.32 : Diagramme $\text{Bi}_2\text{O}_3 - \text{PbO}$ [DIOP-2009].

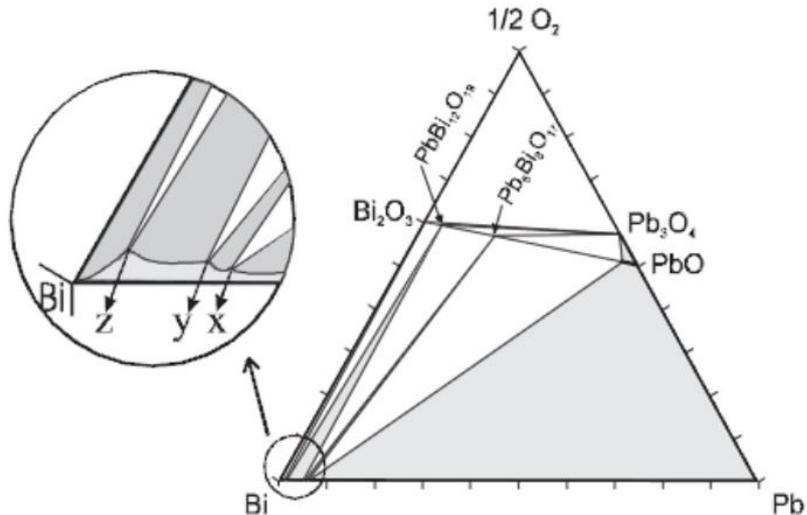


Figure I.33: Section isotherme du diagramme de phases partiel du système Pb-Bi-O à 823 K (550 °C) [GANESAN-2008].

L'oxyde principal formé dans l'eutectique liquide Pb-Bi est le monoxyde de plomb PbO . De fait, c'est l'oxyde le plus stable comparé aux autres oxydes de plomb et de bismuth. Ainsi la concentration à saturation et l'activité de l'oxygène dans l'eutectique Pb-Bi liquide sont définies par l'équilibre de formation du PbO . Il est à noter qu'en situation de contamination excessive d'oxygène, d'autres oxydes (de plomb ou de bismuth) peuvent se former. Ainsi, pour les réacteurs hybrides ou les réacteurs refroidis à l'eutectique Pb-Bi liquide, le but principal du contrôle de la concentration en oxygène dans le système Pb-Bi liquide est de limiter le taux d'oxygène pour éviter la formation d'oxydes dans le

métal liquide eutectique Pb-Bi, oxydes qui pourraient entraîner une obstruction des circuits et la dégradation du transfert de chaleur.

La corrosion des matériaux par l'eutectique Pb-Bi dépend essentiellement du taux d'oxygène dissous dans le métal liquide et de la température. En effet, suivant le pourcentage d'oxygène présent dans le métal liquide, différents types d'oxydes peuvent se former et sont stables ou pas (Figure I.34). Ainsi il apparait que suivant le taux d'oxygène une dissolution ou une non-reformation des couches d'oxydes présentes à la surface des matériaux de structure pourra avoir lieu. Notamment on remarque la faible stabilité de l'oxyde de nickel qui entraîne pour des valeurs d'oxygène inférieures à environ (suivant la température) 1×10^{-7} % massique une dissolution du nickel et donc une destruction des couches protectrices des aciers inoxydables austénitiques.

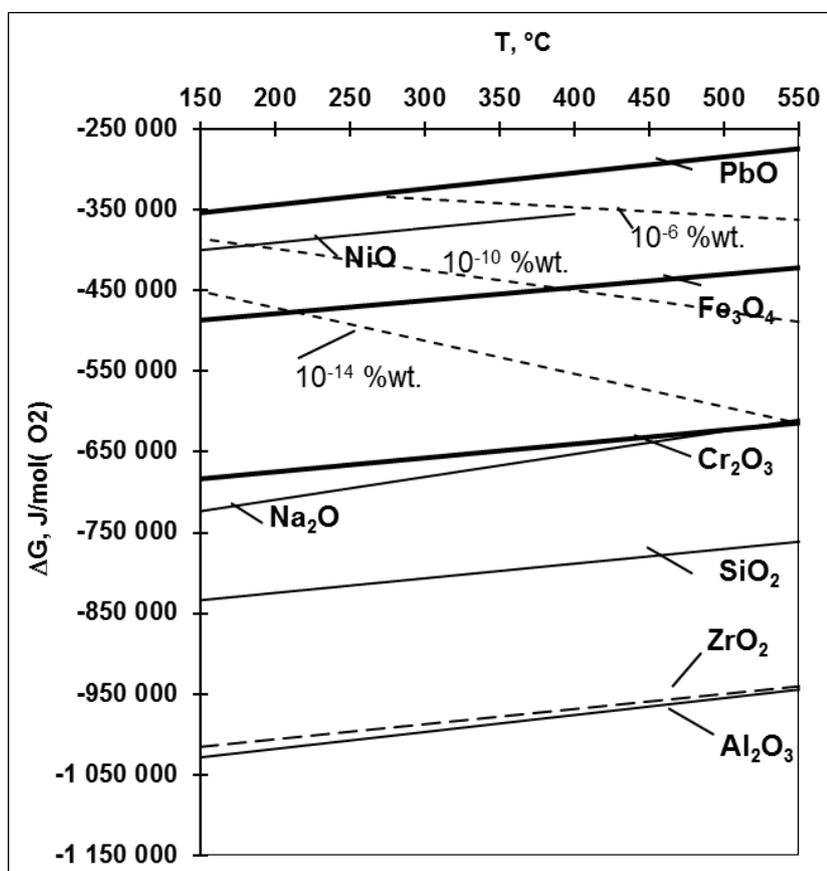


Figure I.34 : Diagramme d'Ellingham pour l'eutectique Pb-Bi [HANDBOOK-2015].

I.5 Propriétés mécaniques de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Les propriétés mécaniques de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi ont été étudiées depuis une quinzaine d'années environ avec différents essais : traction, fatigue, traction et fatigue sur éprouvettes entaillées, essais de flexion, essais de Small Punch Test (micro emboutissage d'un échantillon de fine épaisseur par une bille) et, pour différentes conditions expérimentales : type de chargement, vitesse de sollicitation, température, état de surface, chimie du métal liquide, microstructure de l'acier T91... Il s'avère que suivant les conditions expérimentales, une influence de la présence de l'eutectique Pb-Bi liquide sur le comportement mécanique de l'acier T91 peut être observée ou pas.

Dans cette section, on donnera quelques grandeurs caractéristiques du comportement mécanique de l'acier T91 avec son traitement thermique standard dans l'eutectique Pb-Bi liquide saturé en oxygène. L'influence des différents facteurs qui favorisent la transition fragile-ductile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi (éprouvettes entaillées, la température, la vitesse de déformation et la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi liquide) sera présentée dans la section suivante (section I.6).

I.5.1 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en traction de l'acier T91

Verleene [VERLEENE-2005] a comparé le comportement en traction de l'acier T91 à l'air (20°C et 300°C) avec celui dans l'eutectique Pb-Bi (saturé en oxygène) à 300°C en utilisant des éprouvettes cylindriques lisses et polies électrolytiquement (Figure I.35 et Tableau I.6). A 300°C, aucune influence de l'eutectique Pb-Bi (noté aussi LBE) n'a été remarquée, par rapport à l'air. Dans les trois conditions, la rupture est accompagnée d'une déformation plastique importante. Le faciès de rupture est ductile (présence de cupules).

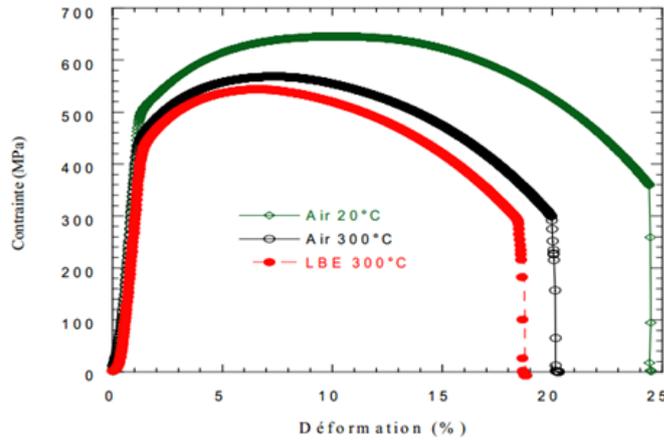


Figure I.35 : Courbes de traction de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi à 300°C et une vitesse de déformation équivalente à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [VERLEENE-2005].

Tableau I.6 : Propriétés mécaniques de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi (noté LBE dans le tableau) [VERLEENE-2006].

Milieu	Température °C	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Re (MPa)	A (%)	Ag (%)	Z (%)
Air	20	500	650	480	24,5	8	73
Air	300	450	570	450	20	6	78
LBE	300	440	550	435	19	5	73

Long [LONG-2008] a étudié l'influence de la température (entre 150°C et 500°C) sur les propriétés en traction de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi (contenant 1 ppm d'oxygène c'est-à-dire avec un taux d'oxygène égal ou très proche de la saturation suivant les conditions de température) et dans l'argon. Les éprouvettes plates (0,75 mm x 1,5mm x 5 mm) polies mécaniquement ont été soumises au traitement standard avec une austénitisation à 1040°C suivie d'un refroidissement à l'air suivi d'un revenu à 760°C. Dans l'argon, l'allongement à rupture augmente avec la température d'essai entre 250°C et 400°C puis reste stable ensuite. En présence de l'eutectique Pb-Bi, cette grandeur évolue de manière totalement différente puisqu'elle diminue avec l'augmentation de la température, et ce de manière très importante entre 300°C et 450°C. Cette évolution montre l'existence d'un puits de ductilité. Quant à la limite d'élasticité et la résistance à la traction, elles ne sont pas affectées par la présence de l'eutectique Pb-Bi pour la plage de températures étudiée (Figure I.36). Ceci tend à montrer l'effet de l'eutectique Pb-Bi sur la propagation des fissures.

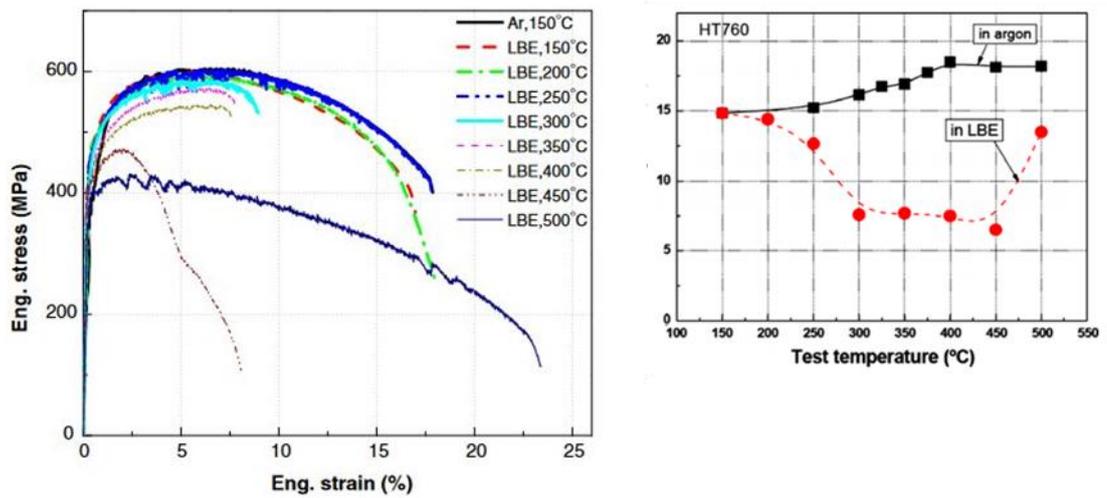


Figure I.36 : Courbe contrainte-déformation (à gauche) et évolution de l'allongement à rupture (à droite), en fonction de la température de l'acier T91 sollicité en présence d'argon ou de l'eutectique Pb-Bi pour une vitesse de déformation de $1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ [LONG-2008].

C. Yé [YE-A-2014] a utilisé la technique SPT (Small Punch Test) pour étudier le comportement de l'acier T91 à température ambiante et à 300°C à l'air, et à 300°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, à la vitesse de déplacement de 0,5 mm / min. Les courbes SPT de l'acier T91 présentent les quatre étapes typiques associées à un comportement ductile, pour les trois conditions étudiées (Figure I.37).

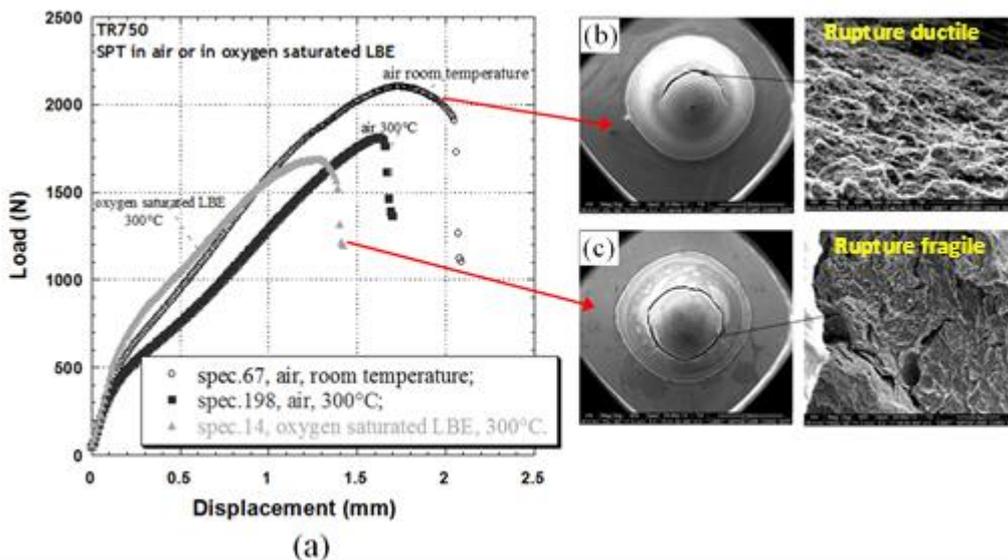


Figure I.37 : a) Courbes SPT de l'acier T91 sollicité à l'air (à température ambiante et 300°C) et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène (à 300°C), à la vitesse de déplacement de 0,5 mm / min. Images MEB des échantillons : b) à l'air à température ambiante ; c) dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 300°C [YE-A-2014].

Pour l'échantillon testé à température ambiante et à l'air, un dôme avec beaucoup de petites fissures circulaires ainsi que des marques de déformation plastique prononcées ont été observés ; de plus, le faciès de rupture est ductile à cupules (Figure I.37.b). Cependant, pour l'échantillon testé dans l'eutectique Pb-Bi, en plus de la fissure principale circulaire, de petites fissures radiales ont été observées et la présence de zones fragiles localisées a été mise en évidence (Figure I.37.c).

I.5.2 Ténacité de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi

La ténacité de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi dans des conditions de déformation plane et de contrainte plane a été étudiée par différents auteurs [HAMOUCHE-2008, COEN-2010, AUGER-2011]. Coen [COEN-2010] a montré l'effet de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sur la ténacité en déformation plane de l'acier T91 à 200°C et 300°C, à une vitesse de déplacement de 0,25 mm.min⁻¹ (Figure I.38). Les résultats ont été comparés avec les courbes de référence à l'air. La valeur moyenne de la ténacité J_Q obtenue à 200°C est de 223 kJ m⁻² pour l'essai à l'air et 174 kJ m⁻² pour l'essai dans l'eutectique Pb-Bi. A 300°C, la valeur moyenne de la ténacité J_Q est de 222 kJ m⁻² à l'air, et de 185 kJ m⁻² dans l'eutectique Pb-Bi. Sur la base de ces résultats, la réduction de la ténacité à la rupture de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi est d'environ 30% à 200°C et 16% à 300°C, par rapport à l'air.

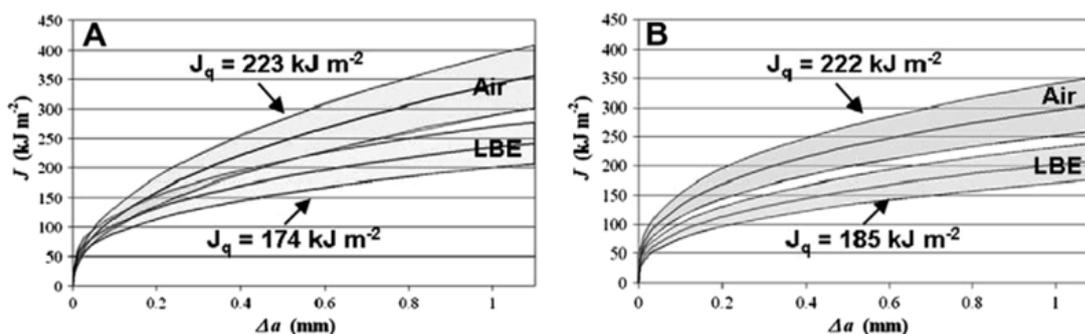


Figure I.38 : Courbes de la ténacité en déformation plane de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi : A) à 200°C ; B) à 300°C [COEN-2010].

Les observations des faciès de rupture des échantillons testés à 200°C, ont mis en évidence une rupture ductile à l'air et une rupture mixte (ductile-fragile) dans l'eutectique Pb-Bi (Figure I.39).

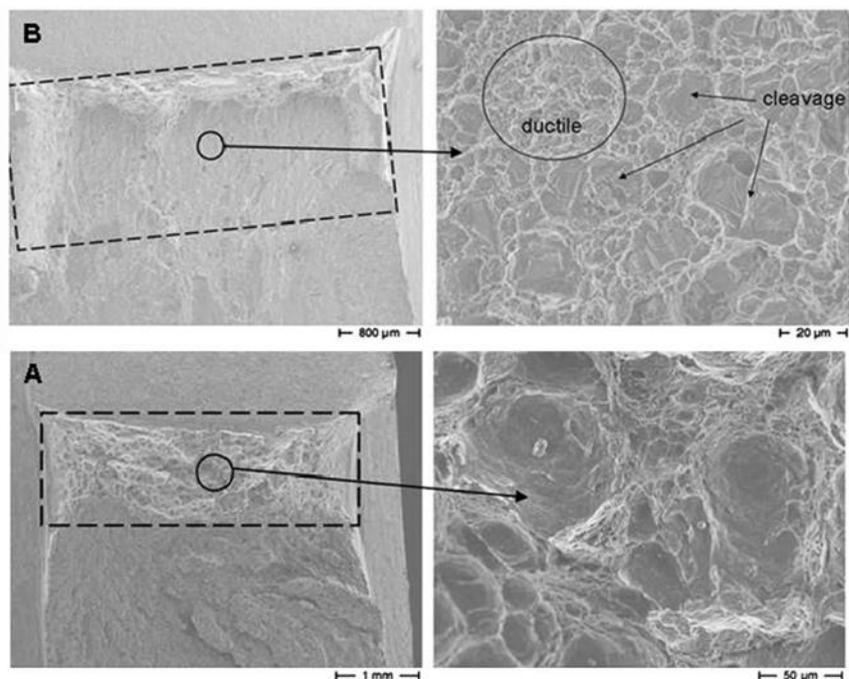


Figure I.39 : Faciès de rupture de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi à 200°C [COEN-2010].

I.5.3 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue de l'acier T91

Le comportement en fatigue en présence de métaux liquides lourds a été très peu étudié. Kalkhof [KALKHOF-2003] et l'équipe de l'UMET [VOGT-2004, VERLEENE-2006] ont été les premiers à évaluer l'influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue oligocyclique respectivement de l'acier MANET-II (10,5Cr-0,550Mo) et de l'acier T91. Des résultats plus récents sur l'acier T91 ont été apportés par Gong et al. [GONG-2015] qui ont pris en compte la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi. Dans les trois cas, l'accommodation cyclique et la résistance à la fatigue ont été étudiées. L'acier T91 a été sollicité à l'air et en présence de l'eutectique Pb-Bi à 300°C [VOGT-2004] ou dans le vide et en présence de l'eutectique Pb-Bi à 350°C [GONG-2015], pour des variations de déformation totale comprises entre $\Delta\varepsilon_t = 0,4\%$ et $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$, et à une vitesse de déformation constante de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Quel que soit le milieu étudié, l'adoucissement cyclique a été observé et les niveaux de contraintes sont similaires (Figure I.40). Des résultats semblables ont été obtenus pour l'acier MANET II à 260°C.

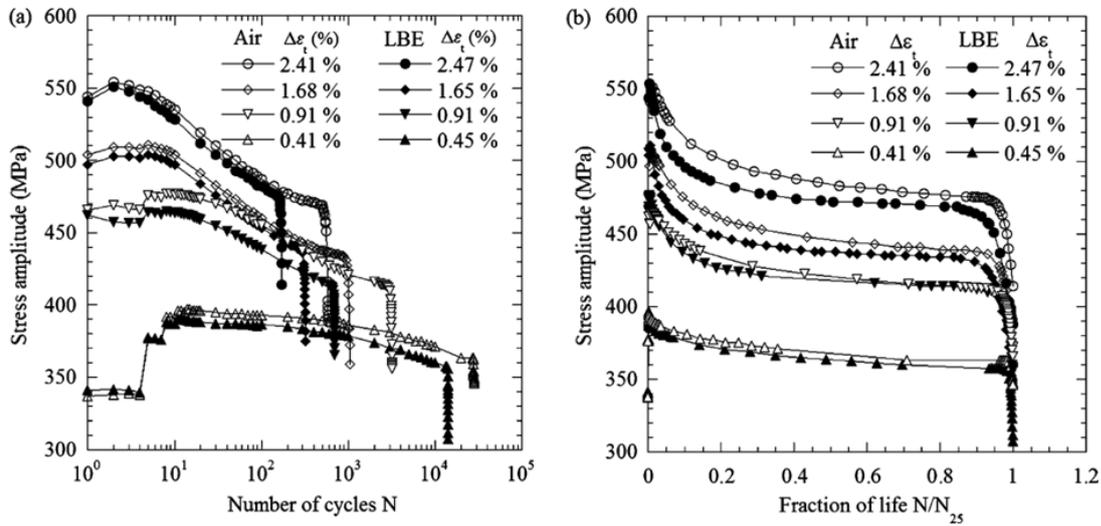


Figure I.40 : Evolution de l'amplitude de la contrainte a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction du pourcentage de durée de vie, pour l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi à 300°C [VERLEENE-2006].

La Figure I.41 montre l'effet néfaste de l'eutectique Pb-Bi sur la résistance à la fatigue de l'acier MANET II. Cet effet est toutefois plus marqué pour les amplitudes de déformation totale élevées et quand la fréquence diminue [KALKHOF-2003]. L'équipe de l'UMET [VOGT-2004, VERLEENE-2006, GORSE-2011] et Gong *et al* [GONG-2015] ont confirmé cette réduction de la résistance à la fatigue par l'eutectique Pb-Bi, ceci pour l'acier T91. De même, une plus forte sensibilité à la présence du métal liquide aux déformations élevées est notée. Peu d'effet de la température est observé, pour des essais effectués à 300°C et 200°C [GORSE-2011].

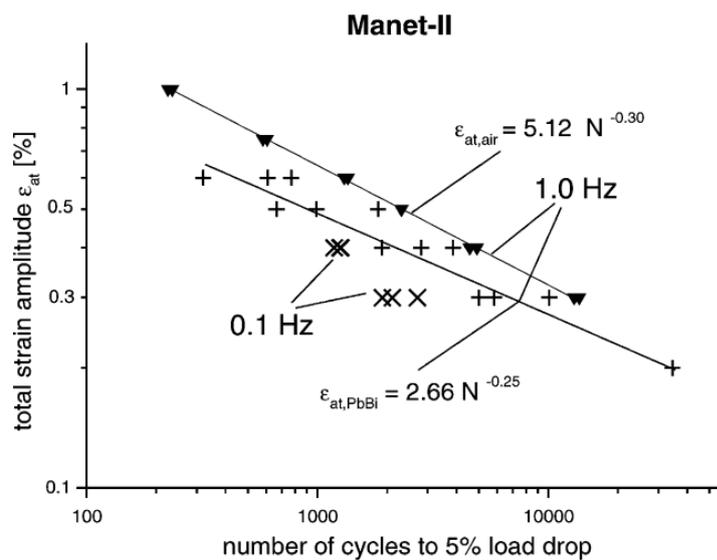


Figure I.41 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier Manet-II à 260°C, à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi [KALKHOF-2003].

Gong *et al.* [GONG-2015] montrent que diminuer la teneur en oxygène dissous tend à accentuer l'effet néfaste de l'eutectique Pb-Bi sur la durée de vie aux faibles amplitudes de déformation mais pas aux amplitudes de déformation élevées (Figure I.42).

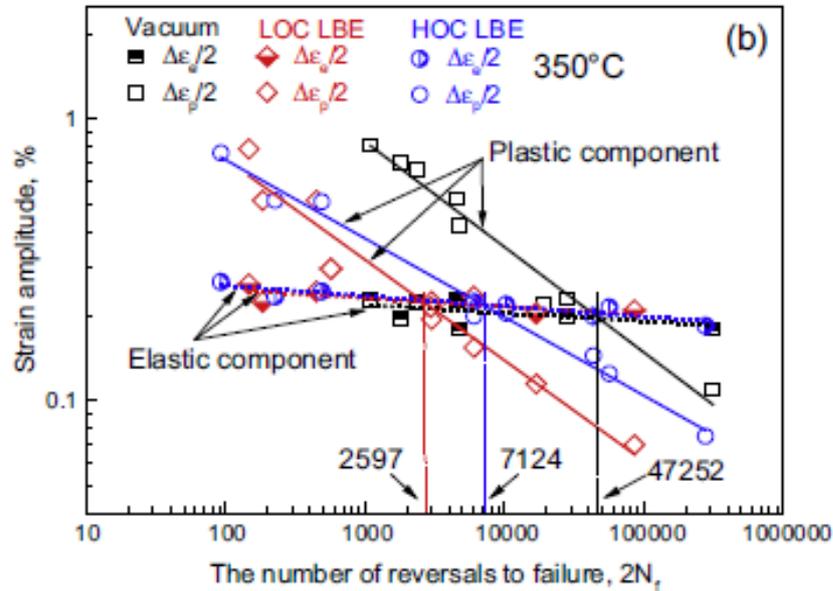


Figure I.42 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 350°C, dans le vide et dans l'eutectique Pb-Bi saturé et à bas taux d'oxygène [GONG-2015].

1.5.4 Influence des métaux liquides sur le comportement en fatigue oligocyclique des aciers T91 et 316L

Afin de mieux appréhender la complexité et la diversité du rôle de la présence d'un métal liquide sur le comportement en fatigue des aciers, nous présentons dans cette section des résultats concernant le comportement de l'acier 316L en présence de l'eutectique Pb-Bi et de l'acier T91 en présence de sodium liquide.

Le comportement en fatigue de l'acier austénitique 316L a été étudié dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène au laboratoire UMET [GORSE-2011, VOGT-2013]. On remarque une sensibilité beaucoup moins forte que pour l'acier T91, avec toujours un effet mineur voire absent aux faibles amplitudes de déformation (Figure I.43). La température pour la gamme étudiée n'apparaît pas comme un facteur très influant.

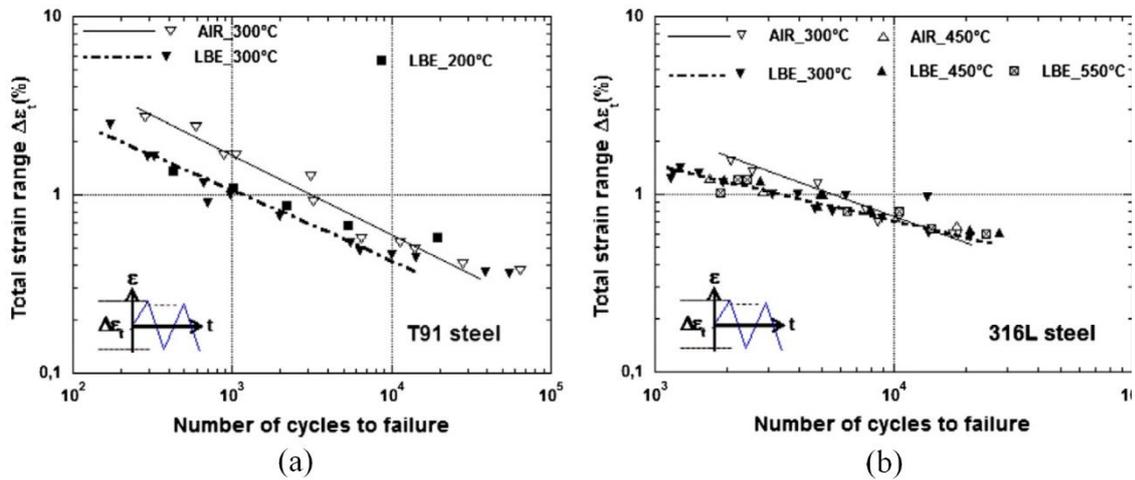


Figure I.43 : Courbes de résistance à la fatigue des aciers T91 (a) et 316L (b) à l'air (courbe de référence à 300°C) et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène pour différentes températures [GORSE-2011].

Les différences de sensibilité de l'acier T91 et de l'acier 316L en présence de l'eutectique Pb-Bi sont d'autant plus visibles lors d'essais en fatigue dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène mais, après une pré-immersion en eutectique Pb-Bi avec un bas taux d'oxygène (Figure I.44).

Pour l'acier T91, après une pré-immersion en eutectique Pb-Bi à très faible teneur en oxygène, une très forte diminution de la résistance à la fatigue oligocyclique est observée (Figure I.44.a) lors d'essais de fatigue en Pb-Bi saturé en oxygène. En effet à la suite à la pré-immersion, des observations métallographiques ont montré une attaque intergranulaire résultant du processus de dissolution. Ces piqûres se sont comportées comme des microfissures prêtes à se propager sous sollicitation cyclique, phénomène ici favorisé par la présence de l'eutectique Pb-Bi.

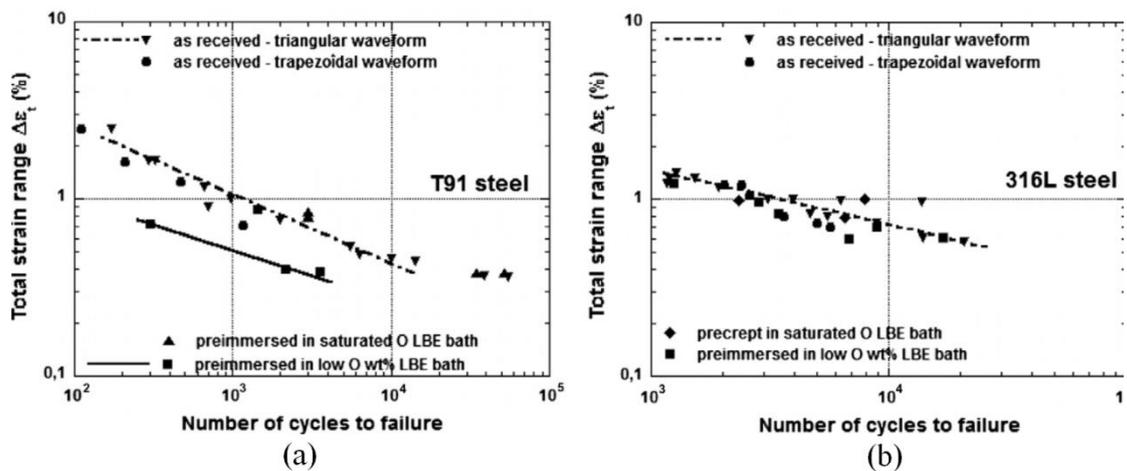


Figure I.44 : Courbes de résistance à la fatigue des aciers T91 (a) et 316L (b) à l'air (courbe de référence à 300°C) et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, après une pré-immersion en eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène [GORSE-2011].

Pour l'acier 316L, les essais de fatigue ne montrent aucun effet néfaste significatif de la pré-corrosion (Figure I.44.b), et ceci bien que la corrosion/dissolution de l'acier 316L immergé dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène soit plus importante que dans le cas de l'acier T91. Ce faible effet de l'eutectique Pb-Bi dans le cas de l'acier 316L peut être attribué à la structure cristallographique de cet acier qui permet par sa ductilité un écoulement des fissures [GORSE-2011].

Le comportement en fatigue de l'acier T91 a été aussi étudié dans d'autres métaux liquides, notamment dans le sodium liquide. Contrairement aux observations effectuées dans l'eutectique Pb-Bi liquide, la présence du sodium semble augmenter la durée de vie de l'acier pour la gamme d'amplitude de déformation comprise entre 0,6% et 1% (Figure I.45 et Figure I.46) [KANNAN-2009].

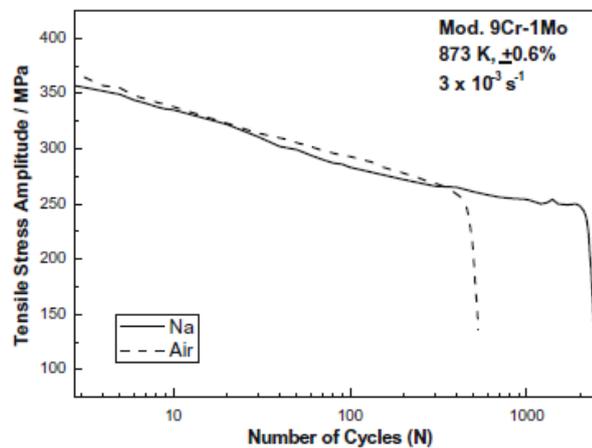


Figure I.45 : Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles de l'acier T91 sollicité à 600°C dans le sodium liquide à $\epsilon_{ta} = 0,6\%$ et pour une vitesse de déformation de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [KANNAN-2009].

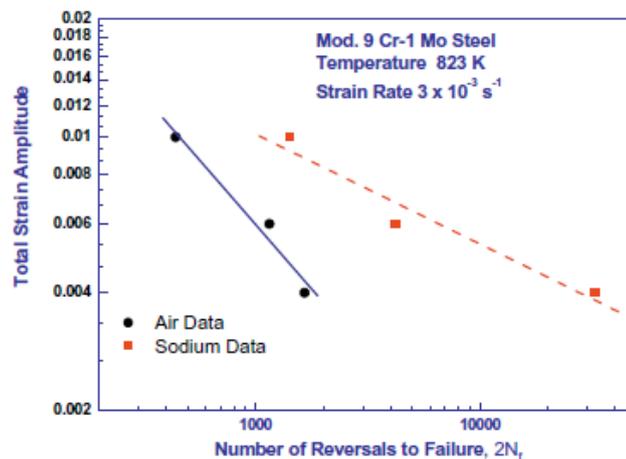


Figure I.46 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 600°C dans le sodium liquide et pour une vitesse de déformation de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [KANNAN-2009].

Cette diminution est expliquée, par les auteurs, par la faible teneur en oxygène dans le sodium (moins de 2 ppm). En effet celle-ci évite la formation d'un film d'oxyde qui inhiberait la réversibilité du glissement et donc l'accumulation de la déformation sous le film d'oxyde ce qui modifie la phase d'amorçage des fissures. Par contre, l'addition d'un temps de maintien en traction lors d'essai de fatigue provoque la disparition de cet effet bénéfique du sodium liquide [KANNAN-2011], ce qui montre l'influence d'une part des conditions de chargement, d'autre part de la nature et la chimie du métal liquide sur le comportement en fatigue de l'acier T91 en métal liquide.

I.6 Facteurs favorisant la transition ductile-fragile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi

Les résultats présentés au paragraphe 1.5 à partir des essais de traction, fatigue et ténacité montrent que l'influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement ou la résistance mécanique de l'acier T91 se manifeste sur la propagation de défauts, qui réduit alors la ténacité ou la ductilité, et la durée de vie en fatigue.

Rappelons toutefois que le rôle de l'eutectique Pb-Bi sur la propagation brutale d'un défaut avait été mis en évidence au laboratoire UMET [LEGRIS-2000, NICAISE-2001, LEGRIS-2002] bien avant l'obtention des résultats du paragraphe 1.5, notamment en sollicitant l'acier T91 durci par traitement thermique (revenu à 500°C) et présentant une couche écrouie fissurable dans le fond d'une entaille circulaire, dans l'eutectique Pb-Bi à 260°C. Une transition ductile-fragile avait alors été mise en évidence tant par l'allure de la courbe de traction que par l'analyse fractographique où la rupture ductile à cupules observée après essai à l'air faisait place à une rupture fragile par clivage dans l'eutectique Pb-Bi (Figure I.47).

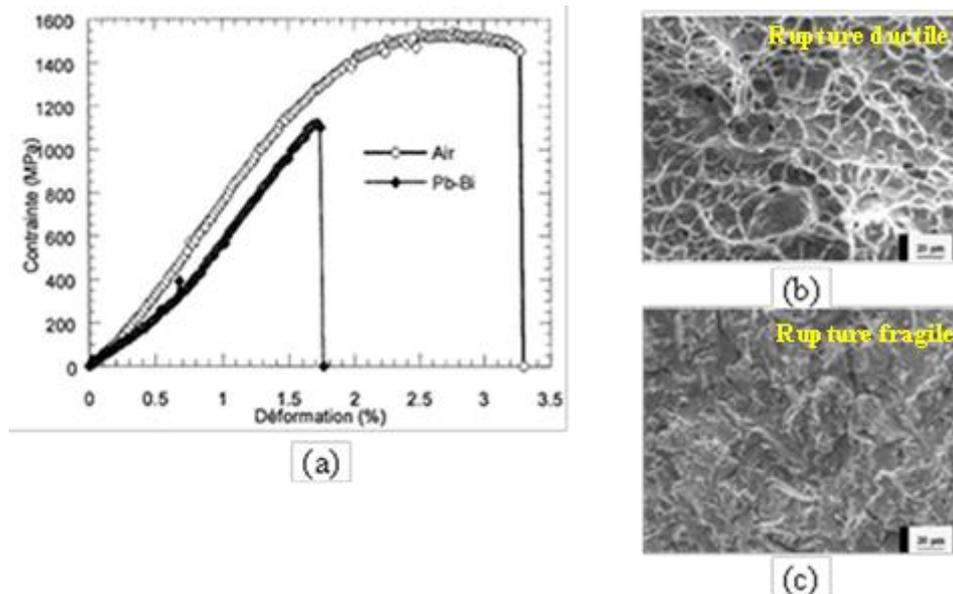


Figure I.47 : a) Courbes de traction à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi d'éprouvettes entaillées d'acier T91 revenu à 500°C [NICAISE-2001] ; observations MEB des faciès de rupture à l'air (b) dans l'eutectique Pb-Bi (c) [LEGRIS-2002].

Il faut souligner que la possibilité d'observer une fragilisation par métal liquide de l'acier T91 n'était pas envisagée à cette époque. Ainsi, l'utilisation d'un traitement thermique hors norme avait tendance à minimiser l'importance de ce résultat mais était suffisamment pertinente pour inciter les chercheurs à mieux cerner les paramètres qui pourraient favoriser la transition ductile-fragile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi.

L'objectif de la présente section est d'identifier les différents facteurs promouvant la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi de l'acier T91 : microstructure, état de surface, température, vitesse de déformation, pré-immersion dans un bain d'eutectique Pb-Bi et teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi liquide.

1.6.1 Effet de la microstructure du matériau à travers l'influence du traitement thermique

La mise en évidence de la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi à l'UMET [LEGRIS-2000, NICAISE-2001] ayant impliqué à la fois un effet de durcissement et un effet d'entaille, il a été décidé par cette même équipe de découpler ces deux paramètres en utilisant l'essai de Small Punch Test (SPT) [SERRE-2007, SERRE-2008]. Différents traitements thermiques comprenant une austénitisation à 1050°C pendant une heure suivie d'une trempe à l'air puis a) d'un revenu d'une heure à 750°C, b) d'un revenu d'une heure à

700°C, c) d'un revenu d'une heure à 650°C, d) d'un revenu d'une heure à 600°C, e) d'un revenu d'une heure à 500°C, f) pas de revenu ont été réalisés. Les auteurs montrent, en présence de l'eutectique Pb-Bi, une transition ductile - fragile qui dépend de la dureté du matériau (Figure 1.48). Bien que les éprouvettes fussent dépourvues d'entaille, les déformations importantes à la surface en contact avec le métal liquide ont cassé la couche d'oxyde protectrice mettant en contact direct l'acier « frais » avec le métal liquide. La rugosité résultant de la déformation plastique se comportait comme une source de microfissures qui, pour le matériau durci, pouvait se propager.

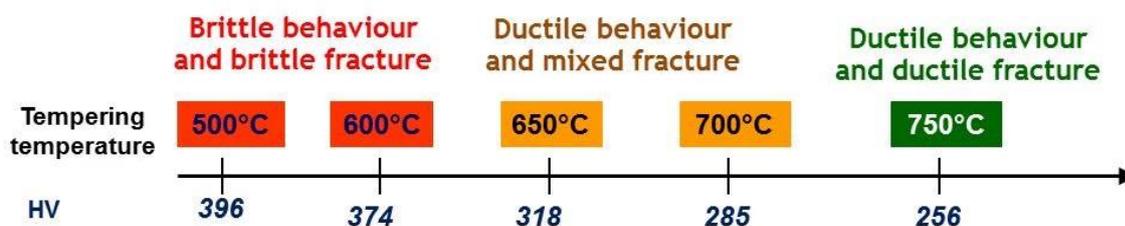


Figure I.48 : Evolution de la transition ductile → fragile selon la dureté de l'acier T91 [SERRE-2008]

L'importance de ces résultats obtenus avec le SPT a incité d'autres chercheurs à explorer cet aspect. Ainsi Long [LONG-2008] a réalisé des traitements similaires et utilisé l'essai de traction avec comme milieu de référence l'argon. Le traitement thermique effectué consistait en une austénitisation à 1050°C pendant une heure suivie d'une trempe à l'air. Ensuite, le matériau était revenu pendant 2h à 500°C (HT500), à 600°C (HT600) et 760°C (HT760). Les essais de traction ont été menés en argon et dans l'eutectique Pb-Bi pour une plage de température entre 150°C et 500°C (Figure I.49). Les résultats montrent une chute de l'allongement à rupture à des degrés différents ceci suivant la température d'essai et la dureté de l'acier exprimant ainsi l'existence d'un puits de ductilité. L'allongement à rupture est considérablement réduit entre 150°C et 400°C pour les matériaux HT600 et HT500 et entre 300°C et 450°C pour le matériau HT760. La profondeur et la largeur du puits de ductilité de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi pour les trois cas dépendent de la dureté du matériau (Figure I.49). Néanmoins, la limite d'élasticité et la résistance à la traction ne sont pas affectées, par l'environnement. Pour les trois traitements thermiques, les éprouvettes testées en argon à 300°C présentent une rupture ductile, et une rupture fragile (clivage) pour les éprouvettes testées dans l'eutectique Pb-Bi.

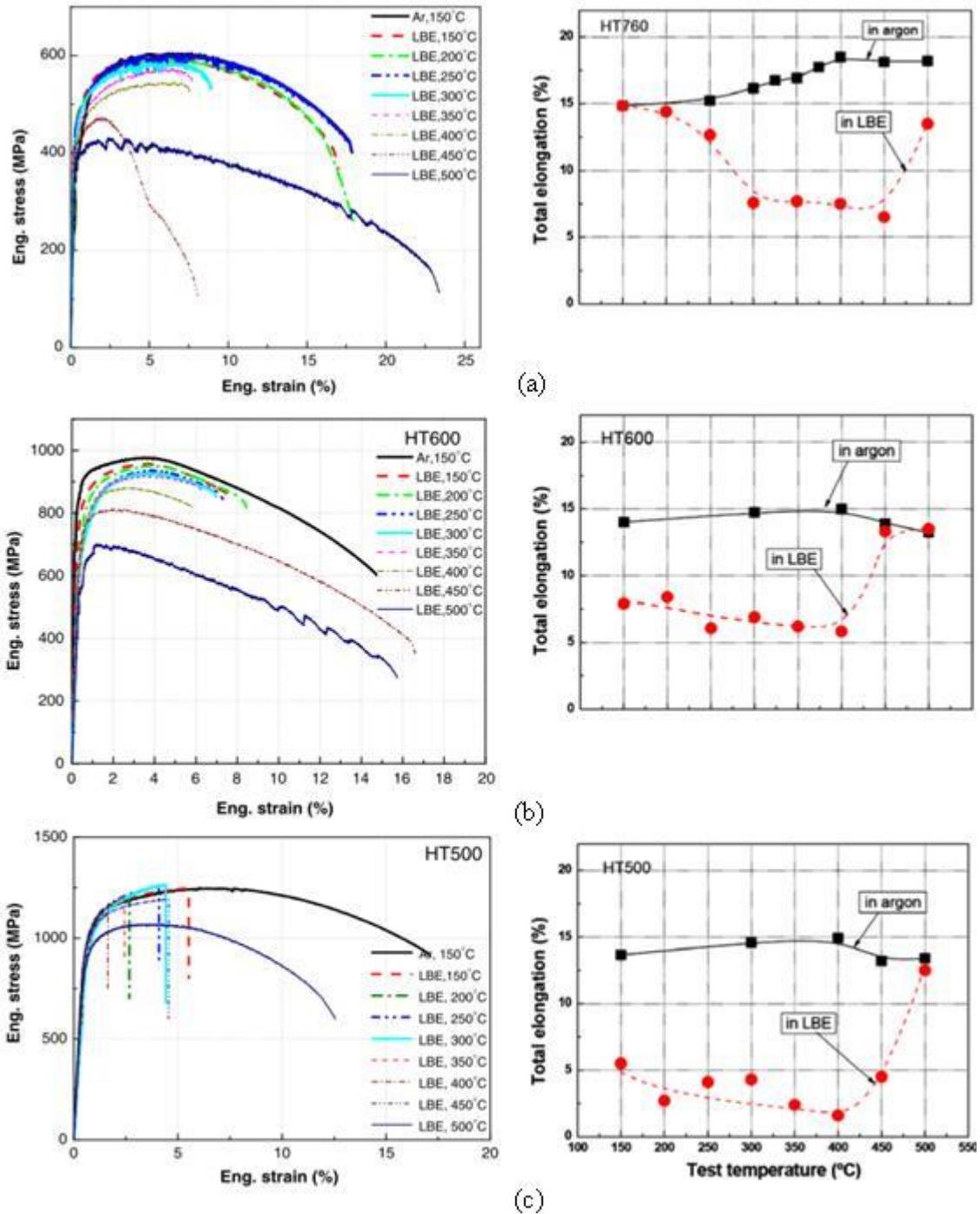


Figure I.49 : Courbes de contrainte en fonction de la déformation et allongement à rupture en fonction de la température pour l'acier T91 testé dans Ar et dans l'eutectique Pb-Bi (une vitesse de déformation de 10^{-5} s^{-1}) pour les trois traitements thermiques. a) HT760 ; b) HT600 ; c) HT500 [LONG-2008].

Les auteurs expliquent la FML de l'acier T91 par la diminution en pointe de fissure de la contrainte de clivage (nécessaire pour observer une rupture fragile de type clivage) due à la présence du métal liquide qui diminue l'énergie de surface. La dépendance par rapport aux traitements thermiques est associée aux différences de microstructure et notamment de capacité à la déformation plastique.

I.6.2 Influence de l'état de surface de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi

Y. Dai [DAI-2006] a étudié l'effet de l'état de surface de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi (1 ppm d'oxygène dissous) pour la plage de température comprise entre 150°C et 425°C. Des essais de traction à 10^{-5} s^{-1} ont été menés sur deux groupes d'échantillons. Les échantillons ont été polis avec des papiers abrasifs de granulométrie comprise entre 400, 600 et 1000, tandis que les surfaces latérales ont été coupées par électro-érosion. Les éprouvettes sont réparties en 2 groupes selon qu'elles subissent un polissage mécanique seul (groupe I) ou un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique pour dissoudre de la matière sur une profondeur d'environ 20 μm (groupe-II). Dans la plage de température comprise entre 300°C et 425°C, la sensibilité à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi des éprouvettes du groupe-1 est évidente. Par contre, les éprouvettes du groupe-II n'ont pas montré de signe de fragilisation. (Figure I.50).

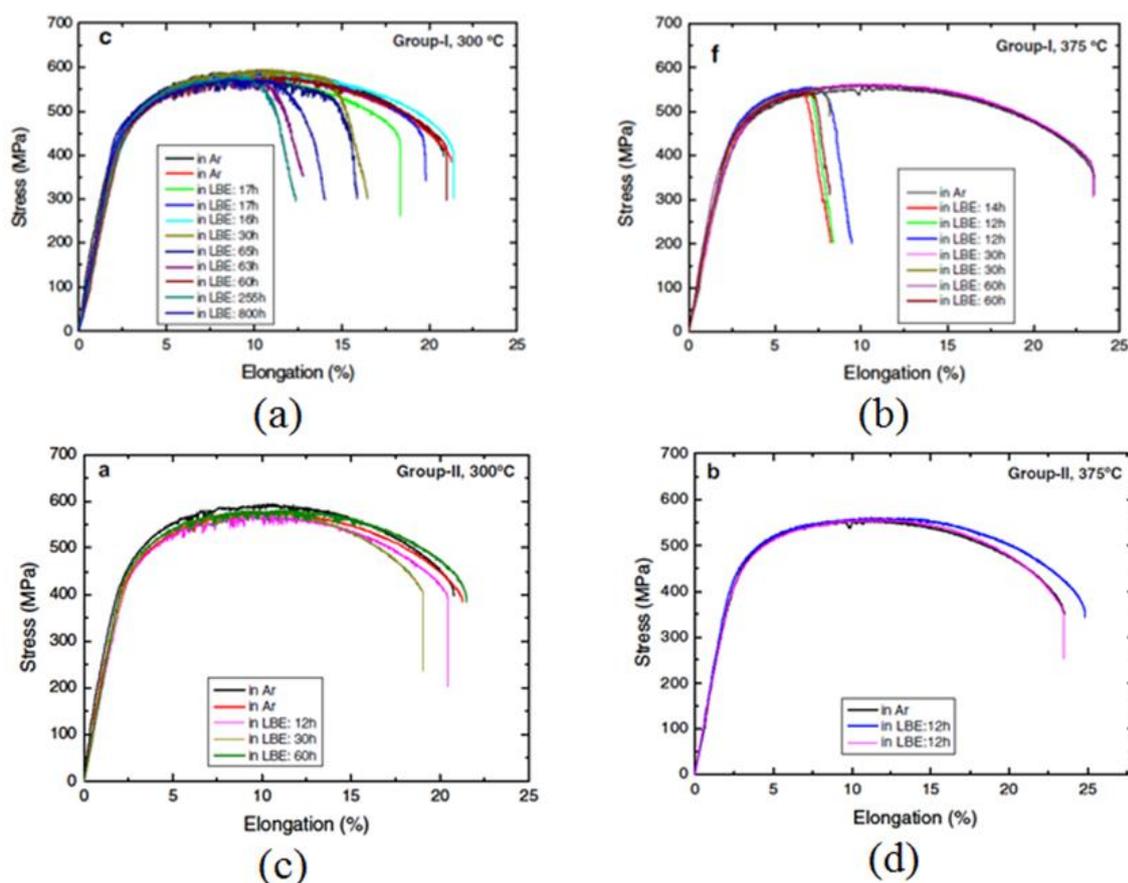


Figure I.50 : Coubes de la contraintes en fonction de l'allongement de l'acier T91 testé dans l'argon et dans l'eutectique Pb-Bi (1 ppm oxygène dissous) à 300°C et 375°C :

a,b) Groupe-I ; c,d) Groupe-II [DAI-2006].

Les auteurs attribuent la sensibilité à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi des éprouvettes du groupe I aux « microfissures » préexistantes générées par l'électro-érosion, microfissures susceptibles de se propager rapidement lors de l'essai de traction en présence de l'eutectique Pb-Bi.

T. Auger s'est intéressé à l'état de surface non pas d'un point de vue géométrique mais d'un point de vue composition [AUGER-2004]. Il a mis en évidence le rôle de la présence d'une couche d'oxyde protectrice dans la fragilisation de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi. La couche d'oxyde natif à la surface de l'échantillon a été retirée par bombardement d'ions dans une chambre ultravide, puis recouverte par PVD (Physical Vapor Deposition) d'un film de plomb et de bismuth (60%Pb-40%Bi) de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. L'essai de traction effectué à 340°C sous un flux d'hélium conduit à une rupture mixte (fragile-ductile) de type quasi-clivage (Figure I.51). La zone fragilisée est localisée à proximité de la surface externe de l'échantillon.

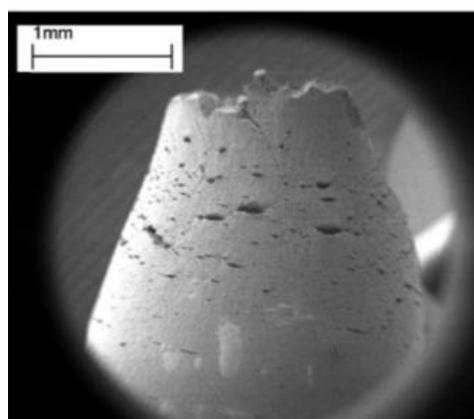


Figure I.51 : Fissures dans la périphérie de la surface d'un échantillon d'acier T91 (couche d'oxyde natif remplacée par un dépôt PVD de plomb et de bismuth) après essai de traction à 340°C [AUGER-2004].

En collaboration avec l'UMET, Auger [AUGER-2008] a poursuivi ces travaux par des essais SPT en présence d'eutectique Pb-Bi sur des surfaces d'acier T91 avec une couche d'oxyde maîtrisé. Pour cela, la surface (oxydée) de l'acier T91 est décapée ioniquement dans la chambre d'un XPS (spectroscopie de photoélectrons X) ce qui permet de caractériser la surface avant et après le décapage. A l'issue de cette étape, la surface de l'acier T91 est vierge de toute couche d'oxyde. Ensuite, la surface est re-oxydée en contrôlant le temps d'oxydation et la pression d'oxygène afin d'obtenir différentes conditions de surface (différents types de couche d'oxydes, différentes épaisseurs). La nature de l'oxyde formé et son épaisseur sont caractérisées par XPS. Puis les échantillons sont transférés dans une chambre sous ultra vide où un dépôt de Pb-Bi (1µm) est déposé

par PVD. Les essais sont ensuite testés par SPT à 250°C et 300°C (Tableau I.7 et Figures I.52).

Tableau I.7 : Caractérisation des différentes surfaces obtenues à la surface de l'acier T91 [AUGER-2008].

Condition	Specimen	O ₂ Exposure time (h)	O ₂ Pressure (mbar)	Main type of superficial oxide	Estimated thickness (oxide atomic monolayer)
Non-oxidized	DNO2	0	0	No oxide	–
Low oxidation	D0.5O2	0.5	20	Cr ₂ O ₃	2–3
Medium oxidation	D4O2	4–8	20	Fe _{1-x} Cr _{2-x} O ₄	5–6
Air-oxidized	DAO2	100	210	Fe ₂ O ₃	11–12

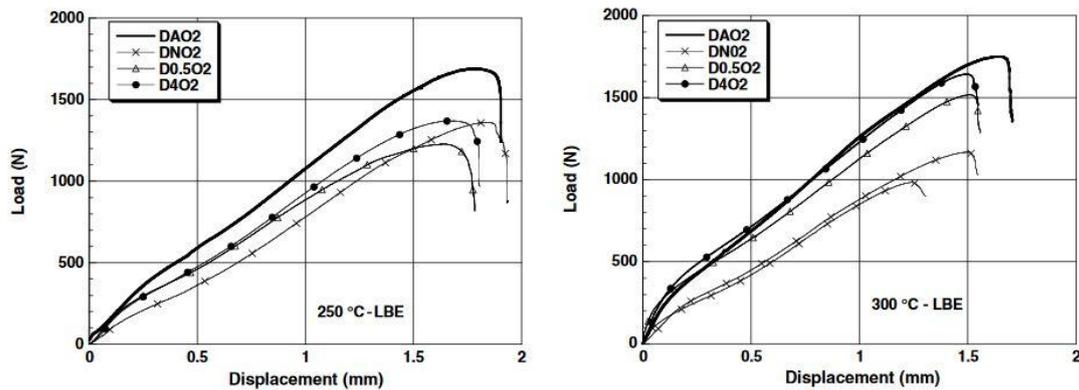


Figure I.52 : Courbes force – déplacement obtenues lors d'essais SPT (0,5 mm/min) à 250°C et 300°C pour l'acier T91 avec différents états de surface [AUGER-2008].

Il a été observé qu'à 300°C, la présence de l'eutectique Pb-Bi a un effet marqué sur le comportement mécanique de l'acier T91 ne comportant pas de couche d'oxyde c'est-à-dire lors d'un contact direct entre le métal liquide et l'acier. Ce résultat contribue à conforter l'importance de la condition de mouillage de l'acier T91 par le métal liquide qui semble nécessaire à la FML. On note qu'une couche d'oxyde de quelques dizaines de monocouches atomiques d'épaisseur (Fe_2O_3 - Fe_3O_4) permet d'éviter un effet du métal liquide. Les analyses MEB des faciès de rupture à proximité de la surface de l'échantillon ont montré des zones de rupture fragile seulement dans le cas d'échantillons sans couche d'oxyde ou avec une couche de Fe_2O_3 . Ainsi au-delà de son épaisseur, la nature de l'oxyde a semblé, pour les auteurs, être un paramètre capital par rapport à sa capacité protectrice vis-à-vis de la FML.

I.6.3 Influence de la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi

La teneur en oxygène dissous dans le métal liquide est un paramètre influant dans le mécanisme de corrosion par métal liquide : la dissolution ou l'oxydation. En effet, lorsque la teneur en oxygène est élevée, une couche d'oxyde se forme à la surface du matériau et empêche le contact direct entre le métal liquide et l'acier. En revanche, lorsque la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi est faible, la corrosion de l'acier suit un régime de dissolution et un contact intime peut se créer entre les métaux liquide et solide. Le diagramme d'Ellingham présenté Figure I.53 montre les régimes de corrosion par dissolution et oxydation de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi liquide.

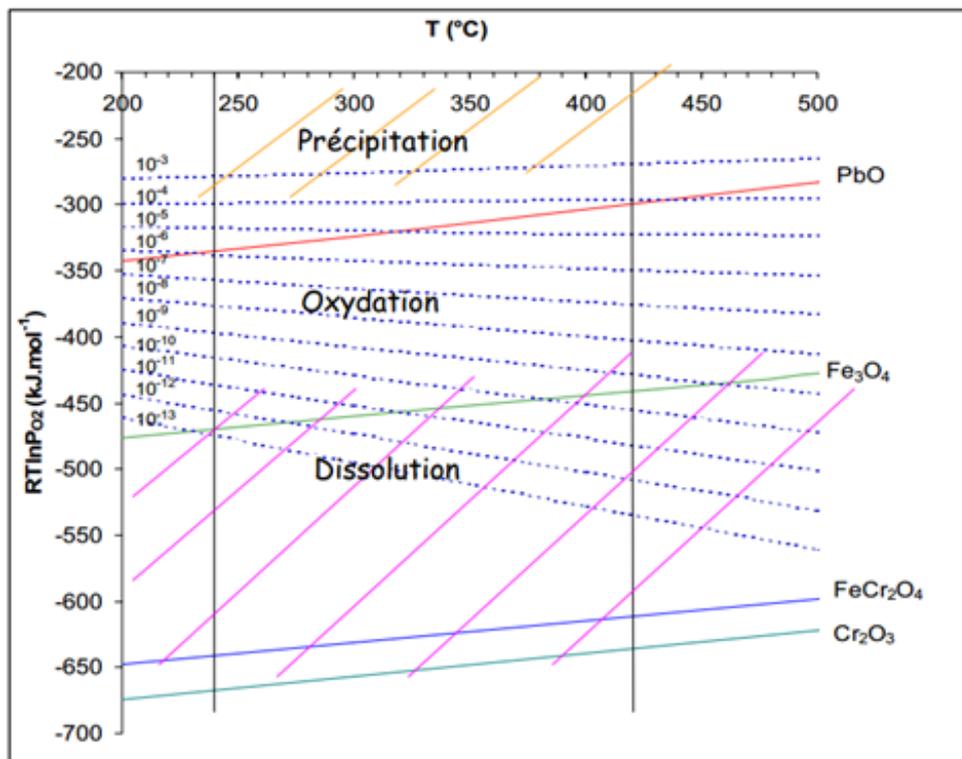


Figure I.53 : Diagramme d'Ellingham contenant les lignes d'iso-concentration (en poids pour-cent) en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi et les différents régimes de corrosion [BALBAUD-CELERIER-2002].

Ainsi, différents auteurs ont étudié l'influence de la teneur en oxygène sur le comportement mécanique de l'acier T91 en eutectique Pb-Bi. C. Ye [Ye-B-2014] a notamment mené des essais de Small Punch Test en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et en eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène. Elle montre clairement par la mesure de l'énergie à rupture normalisée que l'effet néfaste du métal liquide sur le comportement mécanique monotone est plus marqué pour les essais menés en eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène (Figure I.54).

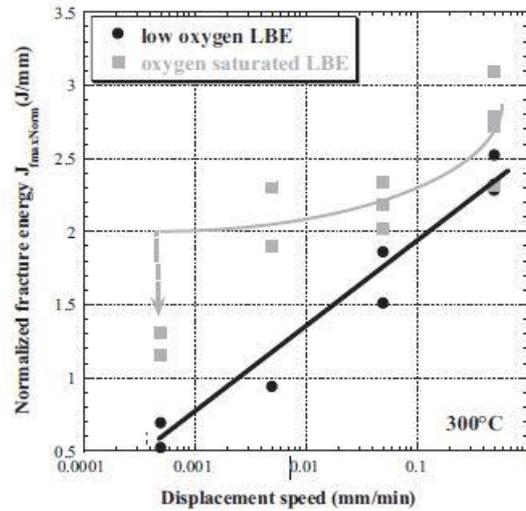


Figure I.54 : Evolution de l'énergie à rupture normalisée calculée à partir d'essais de SPT à 300°C à différentes vitesses de déplacement : influence de la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi liquide [YE-B-2014].

I.6.4 Effet de la température d'essai sur le comportement mécanique de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi

Hamouche [HAMOUCHE-2008] a étudié l'effet de la température d'essai sur la sensibilité à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi de l'acier T91 par des essais à 160°C, 250°C et 350°C. La Figure I.55 représente l'évolution de la charge appliquée en fonction du déplacement de la traverse, à une vitesse de déplacement $\dot{\epsilon} = 6,67 \cdot 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$, pour les trois températures d'essai. Elle montre un très léger effet du métal liquide sur l'endommagement de l'acier T91 à 350°C comparé à celui obtenu à 160°C et 250°C pour lesquelles l'amorçage des fissures en Pb-Bi se produit pour des déformations plastiques plus faibles. Ainsi, la déformation plastique cumulée avant l'amorçage des fissures dépend de la température. L'effet fragilisant du Pb-Bi est plus important à 160°C. L'amorçage des fissures se produit plus tôt à 350°C à cause de l'importance du phénomène Portevin-Le-Châtelier, lequel apparaît après une déformation critique dépendant de la température (entre 250°C et 400°C). A 250°C apparaît le phénomène de vieillissement dynamique qui rentre en compétition avec l'action de l'eutectique Pb-Bi liquide.

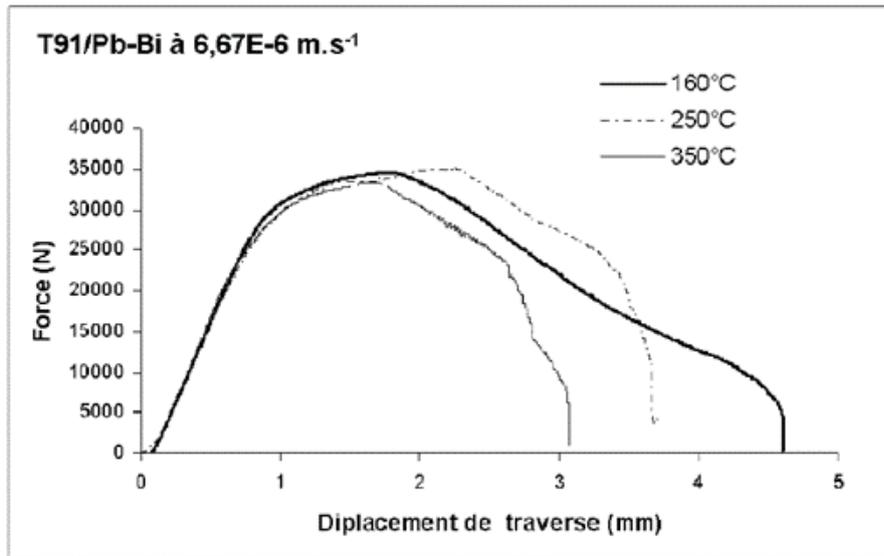


Figure I.55 : Effet de la température sur les courbes de force en fonction du déplacement de la traverse pour l'acier T91 sollicité en contact de l'eutectique Pb-Bi liquide à $6,67 \cdot 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$ [HAMOUCHE-2008].

C. Yé [YE-B-2014], à partir d'essais SPT à 250°C, 300°C et 400°C menés à l'air, en argon, en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et en eutectique Pb-Bi à faible taux d'oxygène confirme l'influence de la température sur la sensibilité de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi (Figure 1.56).

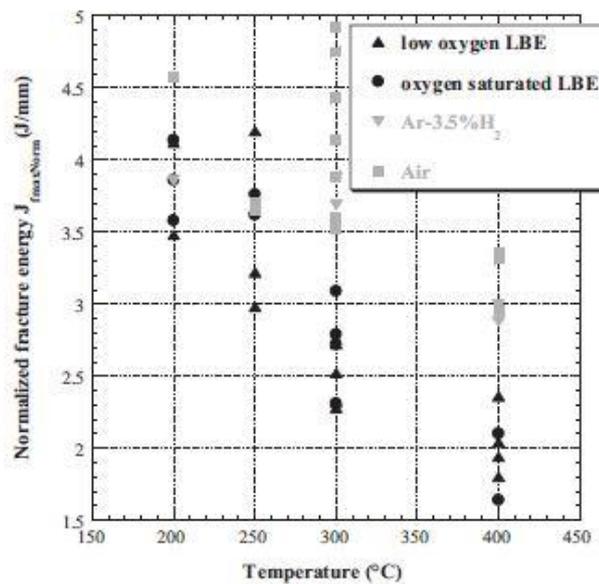


Figure I.56 : Evolution de l'énergie de rupture normalisée calculée à partir d'essais de SPT à 0,5 mm/min : influence de la température [YE-B-2014]

I.6.5 Effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi

La vitesse de sollicitation a un effet important sur la fragilisation par les métaux liquides. Généralement, une diminution de la vitesse de sollicitation induit une diminution du caractère fragilisant du métal liquide et donc notamment un puits de ductilité moins large [KAMDAR-1973, JOSEPH-1999].

En ce qui concerne l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi, la FML a été mise en évidence pour des conditions expérimentales particulières de vitesse de déformation. Hamouche [HAMOUCHE-2008] a étudié la fragilisation de l'acier T91 en contact avec l'eutectique Pb-Bi à 160°C, en fonction de la vitesse de déformation. L'analyse fractographique montre que l'aspect des faciès de rupture dépend de la vitesse de sollicitation (Figure I.57).

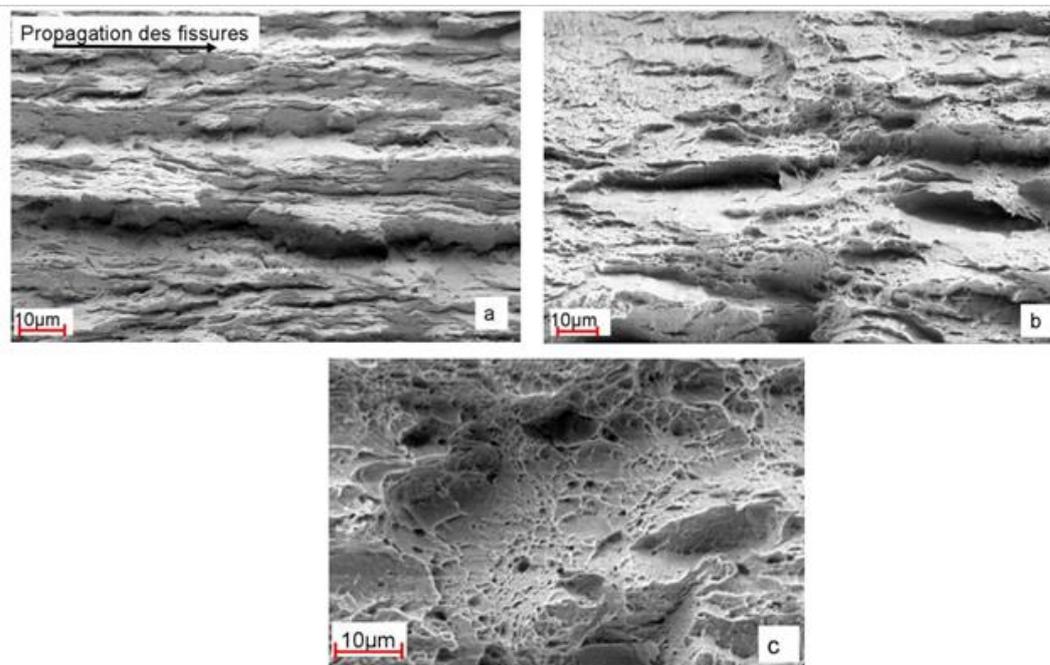


Figure I.57: Micrographies MEB des faciès de rupture des éprouvettes CCT en acier T91 testées en contact de l'eutectique Pb-Bi à 160°C : a) $6,67 \times 10^{-8} \text{m.s}^{-1}$, 100% fragile ;
(b) $6,67 \times 10^{-5} \text{m.s}^{-1}$, rupture mixte ; (c) $6,67 \cdot 10^{-3} \text{m.s}^{-1}$, presque 100% ductile
[HAMOUCHE-2008].

La mesure de la fragilité est obtenue à partir de l'analyse du faciès de rupture, en rapportant la surface exempte de cupules à la surface totale de la fractographie. L'effet de la fragilisation diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. En effet, la fraction de rupture fragile diminue avec l'augmentation de la vitesse (Figure I.58).

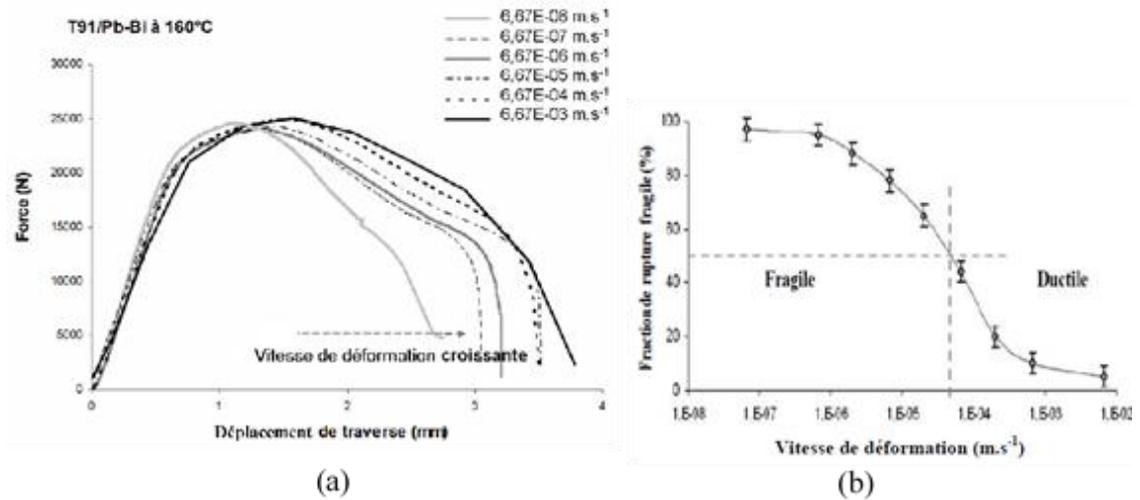


Figure I.58 : a) Effet de la vitesse de déformation pour l'acier T91 lors d'essais à 160°C et en contact avec l'eutectique Pb-Bi : a) sur les courbes force ; b) sur la fraction surfacique de rupture fragile en fonction de la vitesse de déformation obtenue par l'analyse fractographique en MEB des faciès de rupture [HAMOUCHE-2008].

C. Ye [YE-2014] a montré à travers des essais SPT menés en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ou à bas taux d'oxygène l'influence de la vitesse sur la sensibilité de l'acier T91 à la fragilisation par l'eutectique Pb-Bi liquide. La courbe force-déplacement enregistrée à la plus faible vitesse de déplacement se distingue nettement des trois autres courbes suggérant une fragilisation (Figures I.59 et I.60).

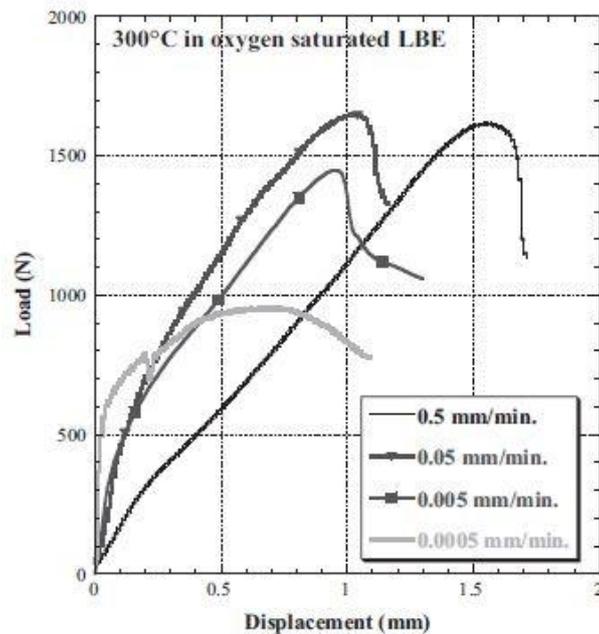


Figure I.59 : Courbes SPT force en fonction du déplacement obtenues lors d'essais SPT à 300°C en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène : influence de la vitesse de déplacement [YE-B-2014]

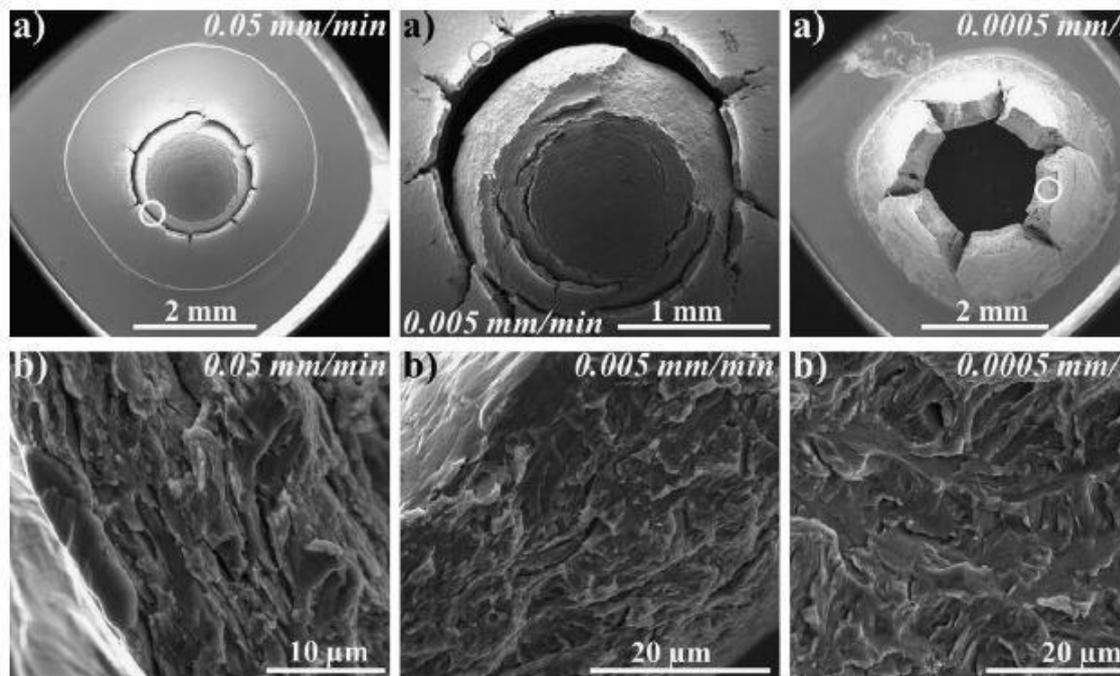


Figure I.60 : Dôme et faciès de rupture des échantillons après essais SPT à 300°C en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène : influence de la vitesse de déplacement [YE-B-2014]

Aux plus grandes vitesses de sollicitation, où les courbes sont typiques de matériaux ductiles, sont observés des faciès de rupture majoritairement ductiles. A la plus faible vitesse de sollicitation, une rupture fragile est en effet observée.

I.7. Remarques de conclusion

La fragilisation par les métaux liquides (FML) et l'endommagement accéléré par les métaux liquides (EAML) sont des phénomènes complexes qui dépendent de l'alliage métallique (microstructure, dureté ...), du métal liquide (composition, présence d'impuretés ...), de l'interface métal liquide /alliage solide (présence d'oxyde, régime de corrosion ...), et des conditions expérimentales (température, contrainte, vitesse de sollicitation ...). Deux conditions semblent nécessaires pour conduire à la FML ou EAML : une déformation plastique du métal solide et le contact intime entre le métal solide et le métal liquide.

Concernant le comportement de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi, une grande part des études ont été menées sous sollicitation monotone. En effet, les propriétés

mécaniques monotones à une vitesse correspondante d'environ 10^{-5} s^{-1} de l'acier T91 (traitement thermique standard) en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ne sont pas modifiées par rapport à celles obtenues avec les essais à l'air dans une gamme de températures comprises entre 150°C et 500°C . Néanmoins, l'allongement à rupture diminue considérablement avec l'augmentation de la température et ce de manière très importante entre 300°C et 450°C . Sous sollicitation cyclique (vitesse de déformation autour de 4.10^{-3} s^{-1}), la durée de vie de l'acier T91 diminue par rapport à celle à l'air en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, notamment à déformation importante. L'accommodation cyclique n'est pas modifiée.

Pour certaines conditions expérimentales, la fragilisation de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène a été observée sous sollicitation monotone. Les facteurs favorisant la FML ou l'EAML de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi sont : une microstructure menant à une dureté importante, une vitesse faible, la présence de micro-entaille, la basse teneur en oxygène, l'absence de la couche d'oxyde natif de l'acier.

Ainsi, l'objectif de ce travail de thèse est de mieux comprendre l'effet sur le comportement cyclique de l'acier T91 à 350°C en présence de l'eutectique Pb-Bi en prenant en compte la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, la vitesse de déformation et un maintien en traction.

CHAPITRE II. MATERIAUX ETUDIES ET DISPOSITIF EXPERIMENTAL

II.1 L'acier T91

L'acier T91 (Z10CrMoNbV9-1) a été fourni sous forme de plaque laminée de 15 mm d'épaisseur et dans le cadre du projet européen MatISSE (Materials' Innovations for a Safe and Sustainable nuclear in Europe). Cet acier a été étudié dans son état de réception et sera noté T91 MatISSE dans la suite de la thèse. Le traitement thermique lors de son élaboration a consisté en une austénitisation complète à 1100°C pendant 15 minutes suivie d'une trempe à l'eau, puis d'un revenu à 770°C pendant 45 minutes et enfin un refroidissement à l'air. Sa composition chimique est donnée au Tableau II.1.

Tableau II.1. Composition chimique de l'acier T91 MatISSE (% massique).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu
0,1025	0,22	0,38	0,021	0,0004	8,99	0,89	0,11	0,0146	0,06
Nb	Ti	V	W	Pb	Sn	As	B	N	Fe
0,06	0,0034	0,21	0,01	<10ppm	0,004	0,008	<1ppm	0,0442	Bal.

A l'état de réception, la structure martensitique en lattes du matériau est mise en évidence par observations en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage (Figure II.1.a et b). Ces observations ont été effectuées après un polissage mécanique (papier SiC de 800 à 2000 et polissage à la pâte diamantée (de 6, 3 et 1 μm)) et une attaque chimique au réactif de Villela (100mL d'éthanol, 5mL d'acide chlorhydrique, 1g acide picrique) pendant 10 secondes. Le diamètre moyen des anciens grains austénitiques est de $20 \pm 5 \mu\text{m}$. La macro-dureté du matériau obtenue par l'essai de dureté Vickers (5kg) est de $220 \pm 1 \text{HV}$.

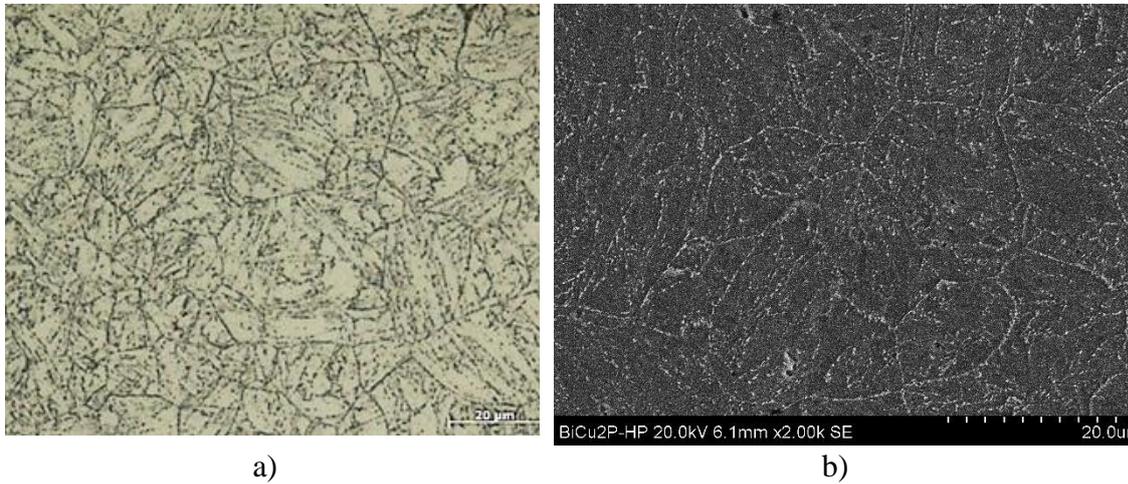


Figure II.1 : Microstructure de l'acier T91 MatISSE : a) image en microscopie optique; b) image en microscopie électronique à balayage (MEB).

La structure cristallographique de l'acier T91 MatISSE a été caractérisée par diffraction des Rayons X, à l'aide d'une source d'émission au cobalt. Les résultats confirment la présence d'une structure cubique centrée (CC) de paramètre de maille $a = 2,866 \text{ \AA}$ qui correspond à une structure ferritique (Figure II.2).

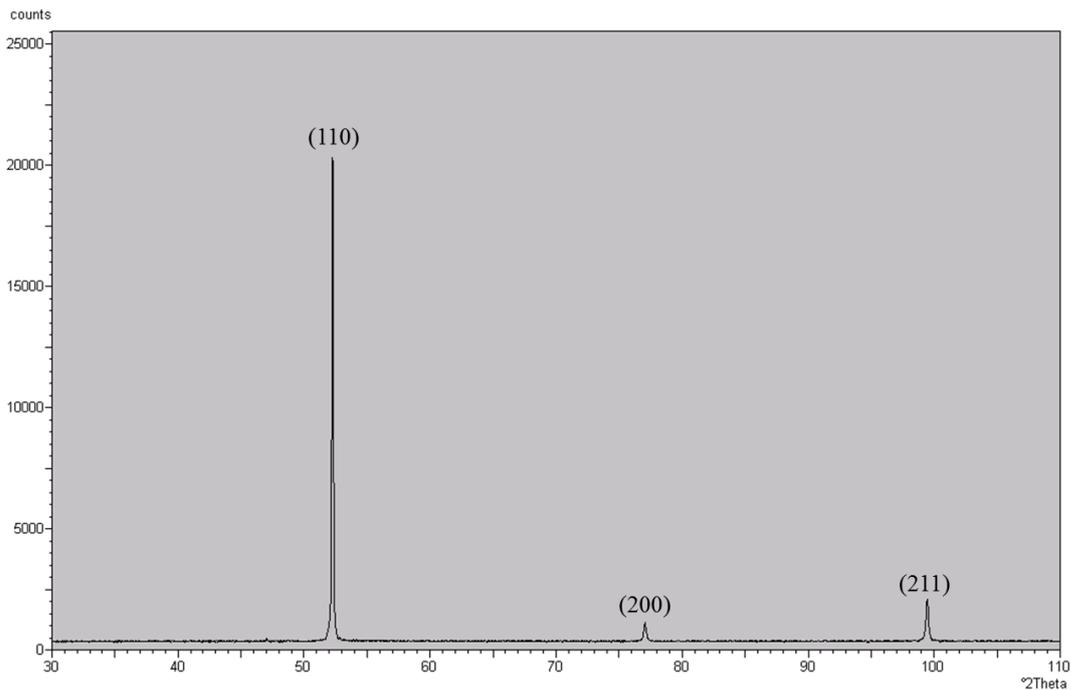
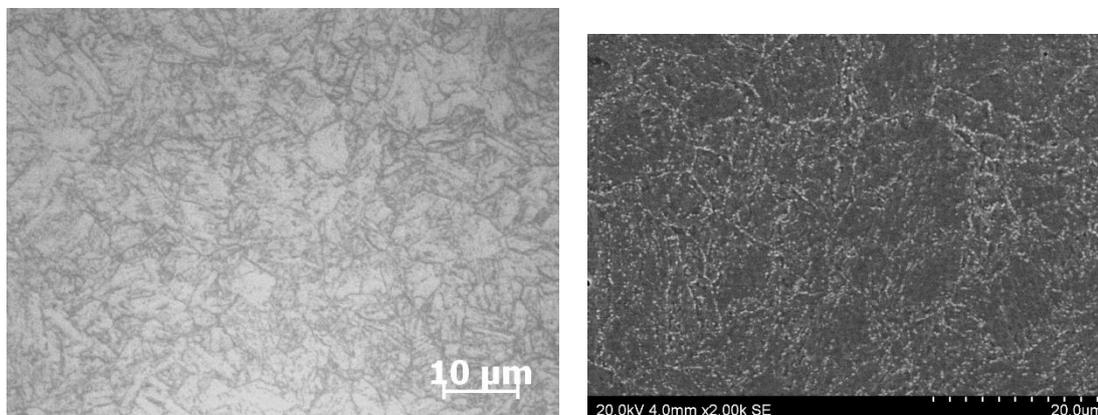


Figure II.2 : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier T91 MatISSE : évolution du nombre de coups en fonction de l'angle 2θ .

Afin de prendre en compte les effets du traitement thermique, certains échantillons ont subi le traitement thermique standard réalisé au laboratoire : une austénitisation à 1050°C pendant 1 heure suivie d'une trempe à l'air et d'un revenu à 750°C pendant 1 heure. L'acier ayant subi ce traitement thermique additionnel est noté T91 DEMETRA

(DEvelopment and assessment of structural materials and heavy liquid METal technologies for TRAnsmutation systems). La structure de l'acier T91 DEMETRA présente une structure (étudiée de la même manière que l'acier T91 MatISSE) martensitique en lattes, avec un diamètre moyen des anciens grains austénitiques de 20 μm (Figure II.3). La valeur de macro-dureté obtenue est de 250 ± 11 HV.



a) b)
Figure II.3 : Microstructure de l'acier T91 DEMETRA : a) image en microscopie optique; b) image en microscopie électronique à balayage (MEB).

II.2 L'eutectique plomb-bismuth

L'eutectique plomb-bismuth, composé de 45 % massique de plomb et 55 % massique de bismuth, a été fourni par la société Bertrandias.SA. France, en lingot de 1 kg. Sa composition chimique, et en particulier la présence de certaines impuretés (Fe, Cr, Ni, ...), correspond à la spécification utilisée dans l'industrie nucléaire (pourcentage massique de fer, chrome et nickel inférieur à 0.3 $\mu\text{g/g}$ de l'eutectique Pb-Bi).

II.3 Dispositif expérimental

Les essais de fatigue ont été conduits sous contrôle de la variation de la déformation totale ($\Delta\epsilon_t$) et aux températures de 300°C et 350°C. Ils ont été réalisés à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène. Pour cela le montage développé par A. Verleene [VERLEENE-2005] a été adapté. En effet, un des enjeux du présent travail était de pouvoir effectuer non seulement des essais de fatigue à l'air et en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène mais aussi en eutectique Pb-Bi bas taux

d'oxygène c'est-à-dire un pourcentage en oxygène inférieur à sa limite de solubilité dans l'eutectique Pb-Bi. Les valeurs que nous avons visées sont de 10^{-7} - 10^{-9} % massique. Si le laboratoire possédait une maîtrise parfaite des essais à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, il n'en était pas de même, pour les essais de fatigue dans l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène, au début de la thèse. Il a fallu concevoir un nouveau montage pour cela.

II.3.1 Les éprouvettes utilisées

Le choix de la géométrie des éprouvettes a été guidé par l'épaisseur de la plaque d'acier et par la présence de métal liquide (étanchéité à assurer). Les éprouvettes utilisées sont cylindriques, de longueur utile et diamètre de 10 mm et 6 mm respectivement (Figure II.4). Dans la partie basse, les éprouvettes présentent une collerette qui prend appui sur la cuve contenant le métal liquide. Afin de garantir que la partie utile des éprouvettes soit exempte de défauts causés par l'usinage, ce qui pourrait être source d'amorçage précoce de fissures, un polissage mécanique a été appliqué à l'aide de papiers abrasifs de carbure de silicium de granulométries comprises entre 800 et 2000, suivi d'un polissage électrolytique qui consiste à appliquer pendant 1 minute, à 12°C, une tension de 12V aux éprouvettes immergées dans une solution d'acide acétique (75%), d'acide perchlorique (20%) et d'eau (5%).

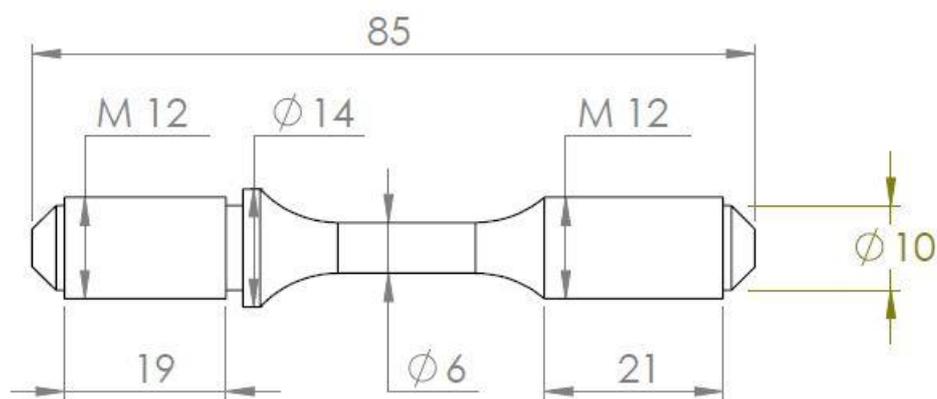


Figure II.4 : Schéma des éprouvettes de fatigue utilisées.

II.3.2 Le montage expérimental : les essais de fatigue

La Figure II.5 montre le montage expérimental mis au point, qui permet de solliciter l'acier T91 tant à l'air qu'en présence du métal liquide eutectique Pb-Bi à faible ou forte teneur en oxygène. L'éprouvette est montée dans une cuve qui permet de recevoir le métal liquide. L'étanchéité entre l'éprouvette et la cuve est assurée par la collerette de l'éprouvette. La cuve et l'éprouvette sont alors fixées entre les mors d'une machine servo-hydraulique SCHENCK de capacité 250 kN. Pour atteindre et maintenir la température d'essai, un système de chauffage par induction a été installé. Il est composé principalement d'un générateur électrique d'une puissance de 12 kW, d'un inducteur en spirale qui entoure la cuve et l'éprouvette, et situé à la hauteur du milieu de l'éprouvette, et d'un pyromètre digital de plage de lecture comprise entre 250°C et 2500°C qui mesure la température de l'éprouvette à partir d'un rayon infrarouge. Le montage est connecté à une entrée et une sortie d'eau de refroidissement afin de protéger les noix de serrage et le montage.

Le contrôle de la déformation se fait au moyen d'un extensomètre Instron model 2620-603 de base de mesure 10 mm. L'extensomètre ne pouvant être placé dans le métal liquide, il est fixé sur des tiges de renvoi. Le décalage entre la réponse élastique du montage et la déformation réelle de l'éprouvette a été pris en compte à travers une calibration effectuée à température ambiante. Pour cette calibration ont été employés deux extensomètres : un extensomètre collé au milieu de la partie utile d'une éprouvette de calibration d'acier T91 et un second extensomètre placé sur les tiges de renvoi à la même hauteur. On établit ainsi une relation entre la déformation enregistrée sur les tiges de renvoi et la déformation au niveau de la zone utile de l'éprouvette. Afin de s'assurer que le pilotage de l'essai par l'extensomètre déporté est correct, en particulier à chaud, des essais complémentaires utilisant un extensomètre à tiges de céramique placées directement sur l'éprouvette ont été réalisés. Les 2 systèmes ont fourni des valeurs de contrainte identiques et des durées de vie semblables.

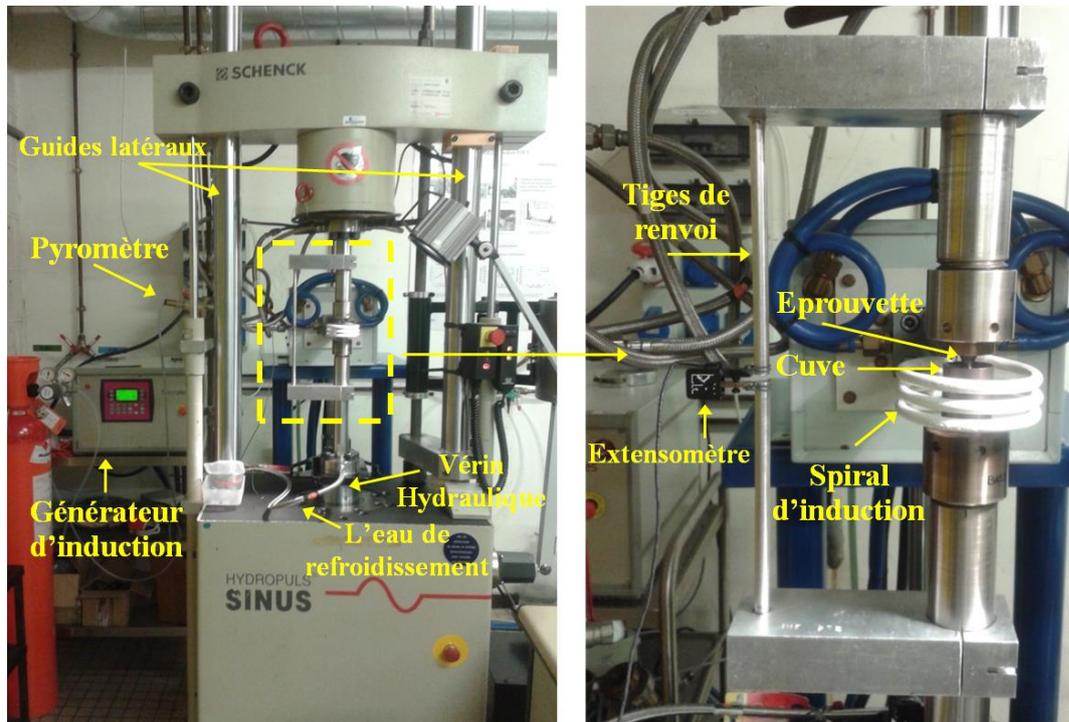


Figure II.5 : Montage expérimental pour les essais à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi.

Afin d'effectuer des essais dans l'eutectique Pb-Bi avec une teneur en oxygène inférieure à la limite de solubilité (Pb-Bi bas taux d'oxygène), deux étapes sont nécessaires : 1) diminuer la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi liquide, 2) maintenir cette condition lors des essais de fatigue.

Le système de purification de l'eutectique Pb-Bi dont dispose l'Unité de Matériaux et Transformations (UMET), nous a permis d'abaisser la teneur en oxygène dans la plage 10^{-7} - 10^{-9} % massique. Cette unité de purification, développée dans le cadre de la thèse de C. Yé [YE-A-2014] sera présentée dans la partie II.3.3 Procédure.

Afin de maintenir un taux d'oxygène inférieur à la limite de solubilité dans l'eutectique Pb-Bi au cours des essais de fatigue, il est nécessaire de travailler sous atmosphère pauvre en oxygène. Nous avons choisi de travailler sous flux d'argon/hydrogène (Ar-3,5\%H_2). En effet, ce gaz pauvre en oxygène permet de limiter la présence d'oxygène dans l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène. De plus, la présence d'hydrogène a tendance à provoquer la dé-oxygénation de l'eutectique Pb-Bi selon l'équation chimique suivante :



Ainsi, au montage d'essais de fatigue précédemment présenté et utilisé pour les essais de fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, a été ajoutée une cellule isolant l'éprouvette immergée dans l'eutectique Pb-Bi. Cette cellule étanche est sous flux du mélange gazeux Ar-3,5\%H_2 et est légèrement en surpression afin de limiter tout risque

d'entrée d'air (Figure II.6). Elle est composée d'un tube en verre de 6 mm de diamètre et 120 mm de hauteur, de deux brides, de vannes d'entrée et de sortie du mélange gazeux.

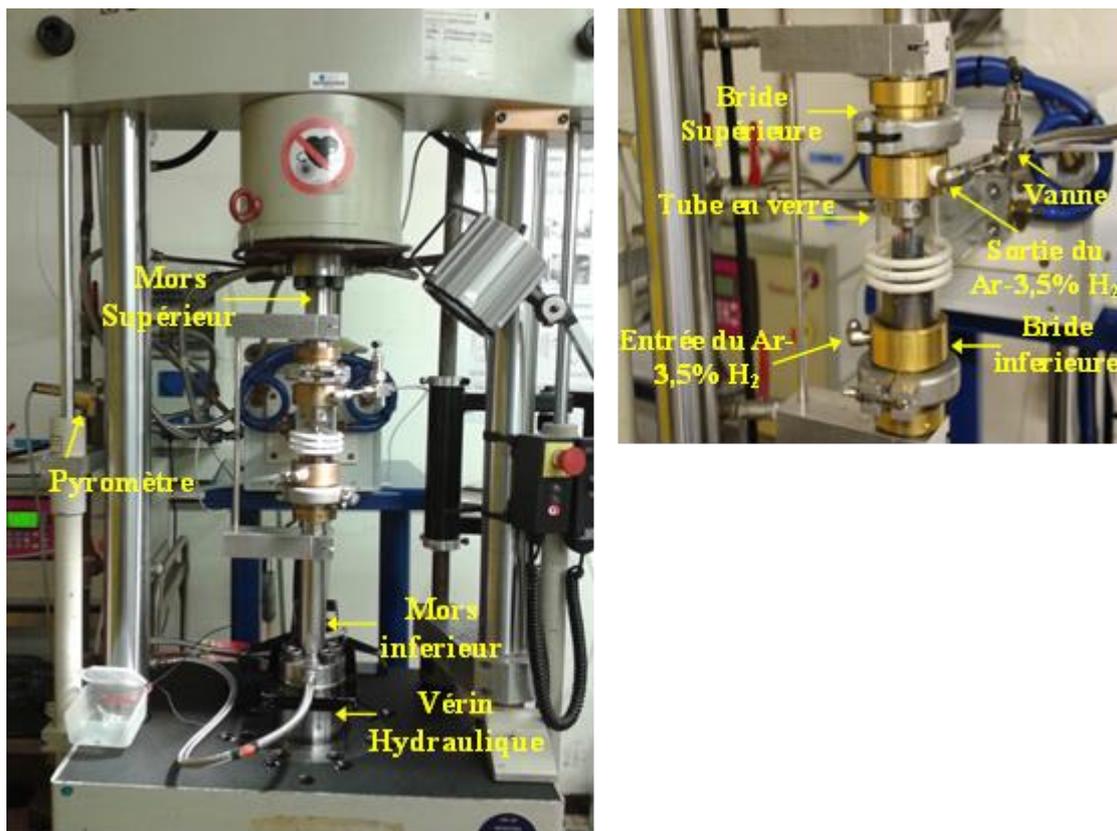


Figure II.6 : Montage expérimental pour les essais en eutectique Pb-Bi bas taux oxygène.

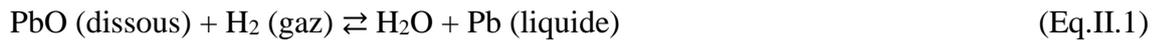
Le tube de verre est fixé aux brides et celles-ci sont solidaires des mors inférieur et supérieur de la machine. La spire d'induction est placée à l'extérieur du tube à la hauteur de la zone utile de l'éprouvette. L'entrée du gaz Ar-3,5% H_2 est reliée à la bride inférieure. La sortie du gaz située au niveau de la bride supérieure est contrôlée par une vanne, qui permet entre autres, d'appliquer une légère surpression de gaz à l'intérieur du tube.

II.3.3. Procédure

Dans ce paragraphe, est détaillée la procédure des essais de fatigue dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène. Cette procédure comprend trois grandes étapes : 1) la purification en oxygène de l'eutectique Pb-Bi et le transfert de l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène dans les cuves contenant les éprouvettes de fatigue, 2) le transfert des « cuve+éprouvette+eutectique Pb-Bi purifié en oxygène » au niveau de la machine de fatigue et la mise en place de l'essai, 3) l'essai de fatigue proprement dit.

a) La purification en oxygène de l'eutectique Pb-Bi et le transfert de l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène dans les cuves contenant les éprouvettes de fatigue

Le principe de l'unité de purification en oxygène de l'alliage eutectique Pb-Bi est basé sur la réaction chimique entre l'oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi et l'hydrogène pour produire la molécule d'eau (équation II.1) :



Cette réaction est activée à température élevée, et notamment au-dessus de 500°C.

Le montage expérimental est présenté à la figure II.7. Le système est composé principalement par :

- un réservoir de pré-purification (réservoir 1),
- un réservoir de purification avancée (réservoir 2),
- un tube de transfert entre le réservoir 1 et le réservoir 2 (tube transfert 1),
- une sonde à oxygène BiO/Bi [COUROUAU-2004] placée dans le réservoir 2,
- une cellule de travail sous atmosphère contrôlée,
- un tube de transfert entre le réservoir 2 et la cellule à atmosphère contrôlée.

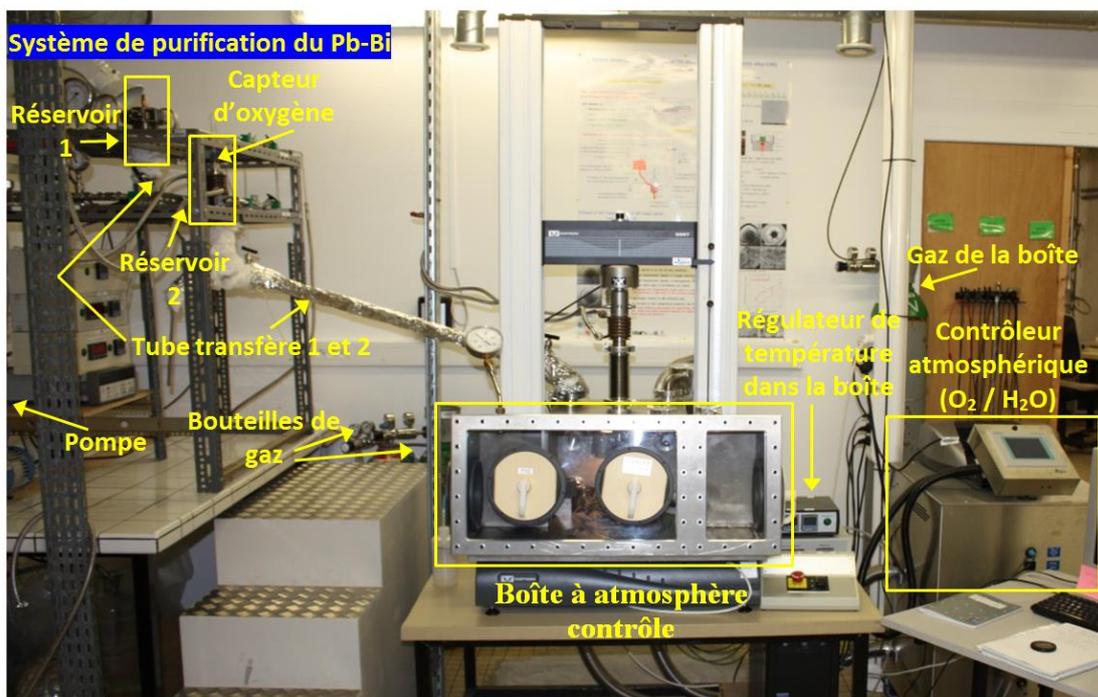


Figure II.7 : Montage expérimental de l'unité de purification en oxygène de l'eutectique Pb-Bi et de la cellule de travail sous atmosphère contrôlée.

La sonde à oxygène BiO/Bi a été développée par le CEA (Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives) afin de mesurer le pourcentage d'oxygène présent dans un bain de métal liquide de plomb-bismuth. Le principe de la sonde est la mesure d'une différence de potentiel à courant nul pour une cellule galvanique. La sonde consiste en un tube de zircone yttrée stabilisée qui sert d'électrolyte solide. Dans le tube est présent un mélange de Bi/Bi₂O₃ qui sert d'électrode de référence. Ainsi est mesuré le potentiel entre deux électrodes : Bi/Bi₂O₃ et Pb-Bi/PbO, le PbO étant l'oxyde le plus stable formé dans le Pb-Bi. En effet la zircone yttrée qui permet la conduction d'ions d'oxygène sépare deux milieux comportant une activité différente de l'oxygène. Un potentiel va s'établir entre les deux milieux. On considère comme constante l'activité en oxygène de l'électrode Bi/Bi₂O₃ et ainsi on détermine les variations de l'activité en oxygène au niveau de l'électrode Pb-Bi/PbO. Il est alors possible [HANDBOOK-2015] de définir un lien entre la différence de potentiel et la concentration en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi, dans le cas de la saturation ou pour des teneurs en oxygène plus basses. En pratique les sondes sont étalonnées et vérifiées par rapport aux teneurs à la saturation pour différentes températures.

L'unité de purification utilise deux types de gaz. L'un est l'argon pur et l'autre est le mélange gazeux argon / hydrogène (96,5% et 3,5%, respectivement, à savoir Ar-3,5% H₂ en rapport en volume). Celui-ci est l'agent efficace pour la purification du Pb-Bi par la réaction chimique à haute température (entre 500 °C et 550 °C) donnée par l'équation Eq.II.1. Le processus de purification du Pb-Bi consiste à faire circuler le mélange gazeux Ar-3,5% H₂ dans le bain de métal liquide eutectique Pb-Bi.

La première étape est celle de la pré-purification, étape effectuée dans le réservoir 1. Le lingot d'eutectique Pb-Bi est fondu dans un four externe et est transféré à l'état liquide dans le réservoir 1 (préchauffé à 170°C sous flux d'argon). Le transfert a lieu sous flux d'argon/hydrogène. La couche d'oxyde en surface du bain liquide eutectique Pb-Bi (PbO) est retirée à l'aide d'une spatule avant fermeture du réservoir 1. Ensuite, le métal liquide dans le réservoir 1 est chauffé jusqu'à 520°C, et le bain liquide est maintenu pendant une heure à cette température pour permettre sous flux d'argon/hydrogène une première purification en oxygène. Afin de limiter tout risque d'obstruction des tuyaux de circulation des gaz par l'eutectique Pb-Bi et d'éventuels oxydes, le flux de gaz ne doit pas être trop sévère ; il est contrôlé visuellement par le bullage effectué en sortie du flux de gaz dans un récipient rempli d'eau.

Après une heure de maintien à 520°C du métal liquide dans le réservoir 1, la température de celui-ci est abaissée à 250°C et, en parallèle, le réservoir 2 et le tube transfert 1 sont

chauffés à la même température de 250°C. L'atmosphère du réservoir 2 est nettoyée par trois séquences de balayage sous flux d'argon/aspiration par pompe à vide. Avant le transfert de l'eutectique Pb-Bi du réservoir 1 vers le réservoir 2, le réservoir 2 est mis sous flux d'Ar-3,5%H₂. Une fois que le réservoir 1, le réservoir 2 et le tube de transfert 1 sont à la même température (250°C), l'eutectique Pb-Bi liquide pré-purifié est transféré du réservoir 1 au réservoir 2. Ensuite pour le réservoir 2, la température est augmentée jusqu'à environ 510°C-520°C, étape sous flux d'Ar-3,5%H₂. A lieu alors la purification en oxygène de l'eutectique Pb-Bi liquide. La température choisie permet, entre autres, de limiter le risque de rupture de la sonde à oxygène. On maintient la température jusqu'à stabilisation de la teneur en oxygène mesurée par la sonde à oxygène. Ce maintien dure entre 1 et 4 heures. Une fois la teneur en oxygène suffisamment stable et suffisamment basse, la température du réservoir 2 est diminuée à 450°C (température appropriée pour obtenir une valeur précise du taux d'oxygène dans l'eutectique Pb-Bi liquide par la sonde à oxygène). La teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi est alors déterminée par la sonde BiO/Bi. Après cette prise de mesure, l'eutectique Pb-Bi liquide peut être transféré à un réservoir 3 placé à l'intérieur de la cellule de travail sous atmosphère contrôlée (moins de 0.1 ppm d'oxygène, sous atmosphère d'Ar-3,5%H₂). Pour cela, la température du métal liquide dans le réservoir 2 doit être abaissée vers 280°C. En parallèle le tube de transfert 2 qui relie le réservoir 2 à la cellule de travail sous atmosphère contrôlée est chauffé à la même température (280°C). Le réservoir 3 est connecté à un cordon chauffant qui permet de maintenir la température de l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène transféré à 280°C, ceci afin de remplir immédiatement les cuves contenant les éprouvettes de fatigue.

Les éprouvettes dans les cuves remplies d'eutectique Pb-Bi sont stockées à température ambiante dans la cellule de travail sous atmosphère contrôlée jusqu'au moment de leur essai de fatigue. Notons que le volume maximal d'eutectique Pb-Bi liquide que l'on peut mettre dans le réservoir 2 (le plus petit) est d'environ 77 cm³. En considérant les volumes du réservoir 2, et la présence dans le réservoir d'un thermocouple, de la sonde à oxygène, des tubes permettant le flux de gaz dans le bain de métal liquide, il a été décidé d'utiliser 70 cm³ de l'eutectique Pb-Bi liquide à chaque purification ce qui permet de préparer 6 à 7 éprouvettes de fatigue immergées dans l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène.

b) Le transfert des « cuve+éprouvette+eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène » au niveau de la machine de fatigue et la mise en place de l'essai

Avant chaque essai, par un sas présent sur la cellule de travail sous atmosphère contrôlée, la cuve contenant l'éprouvette immergée dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène solidifié est transférée entre les mors de la machine de fatigue. Le tube en verre est alors fixé aux brides, eux-mêmes fixés aux mors inférieur et supérieur de la machine (Figure II.6). La spirale d'induction est placée à l'extérieur du tube à la hauteur de la zone utile de l'éprouvette. Le mélange gazeux d'Ar-3,5% H₂ est alors mis en circulation à travers la chambre pendant 10 minutes, puis la vanne est fermée. L'intérieur du tube reste alors en surpression. Ensuite, le chauffage à induction est mis en route afin d'atteindre la température d'essai (300°C ou 350°C) au niveau de l'éprouvette et du bain de métal liquide. L'extensomètre est collé sur les tiges de renvoi. Finalement, lorsque la mesure de l'extensomètre est stable (transfert de chaleur entre les composants stable), l'essai proprement dit peut être démarré.

Pour les essais à l'air et en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, la cuve et l'éprouvette sont montées entre les mors de la machine de fatigue. Dans le cas d'essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, l'eutectique Pb-Bi liquide, chauffé à 200°C dans un four annexe, est directement versé dans la cuve. La spirale à induction est installée et le système est chauffé de la même manière que précédemment expliqué.

c) L'essai de fatigue proprement dit

Les essais de fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi ont été réalisés sous contrôle de la variation de déformation totale. Lors des essais de fatigue olygocyclique, on enregistre des boucles d'hystérésis contrainte-déformation formées à chaque cycle de charge. Lorsqu'une fissure macroscopique se propage en volume, la boucle d'hystérésis commence à changer de manière significative et l'amplitude de contrainte diminue. Des critères d'arrêt sont programmés pour, soit faire des essais à rupture complète (éprouvette cassée en deux afin d'étudier le faciès de rupture), soit lors de la propagation de la fissure principale mais avant rupture totale de l'éprouvette. Pour chaque condition, les essais sont répétés au moins deux fois. Après essai en Pb-Bi liquide, les cuves sont vidées de leur Pb-Bi liquide. Afin d'éliminer les traces de Pb-Bi, les éprouvettes démontées et les cuves sont ensuite nettoyées par immersion dans un mélange contenant 1/3 d'acide perchlorique, 1/3 d'éthanol et 1/3 de peroxyde d'oxygène.

II.3.4 Les conditions d'essais

Les essais de fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi (saturé en oxygène ou bas taux d'oxygène) ont été réalisés sous contrôle de la variation de la déformation totale ($\Delta\varepsilon_t$) comprise entre 0,4% à 1,2%. Le signal de la déformation est triangulaire avec une vitesse de déformation totale constante de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ou $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et un rapport de déformation $R_\varepsilon = -1$. Pour certains essais de fatigue relaxation, le signal de la déformation est trapézoïdale avec un temps de maintien en traction de 600 secondes. Les essais ont été effectués à 300°C et 350°C.

II.3.5 Paramètres expérimentaux

Afin de caractériser le comportement en fatigue du matériau à partir des données expérimentales, est tracée, à partir des courbes d'hystérésis contrainte en fonction de la déformation, l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles. A partir de cette courbe (Figure II.8) sont définis les paramètres suivants :

- N_r : le nombre de cycles à rupture ou durée de vie ; il est établi comme critère de rupture, et correspond au nombre de cycles concordant à une baisse de 25% de l'amplitude de contrainte en traction la plus stabilisée ; cette valeur apparaissant généralement juste avant la chute de contrainte,
- le cycle de référence qui correspond au cycle à mi-durée de vie,
- $N_{5\%}$: le nombre de cycles correspondant à une diminution de 5% de la contrainte en traction par rapport au cycle de référence,
- $\Delta N_{5\%-25\%} = N_r - N_{5\%}$: le nombre de cycles nécessaires à la propagation volumique de la fissure macroscopique ; ce paramètre permet de déterminer une vitesse de propagation de la fissure macroscopique, en nombre de cycles.

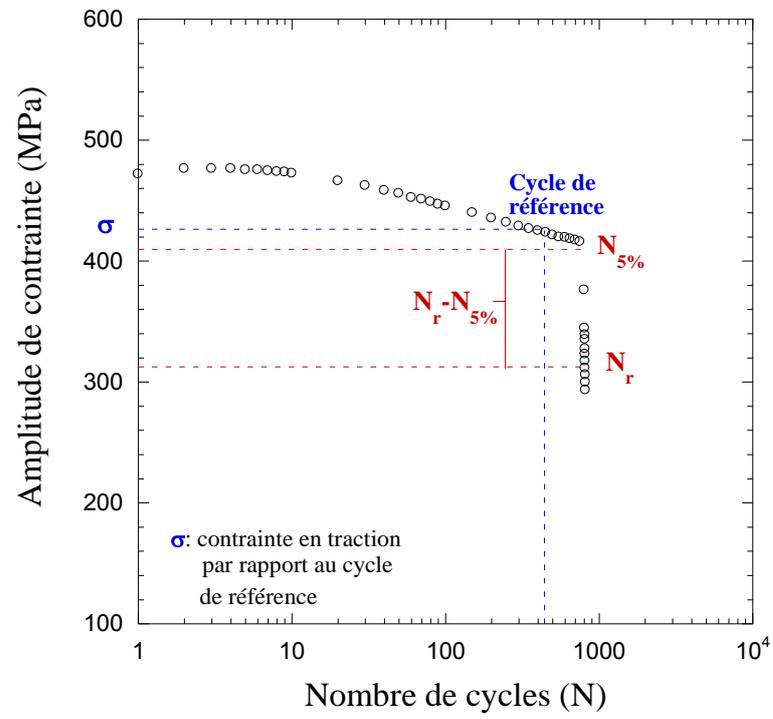


Figure II.8 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.

CHAPITRE III. ETUDE DU COMPORTEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT DE L'ACIER T91 SOUS SOLLICITATION CYCLIQUE A L'AIR ET DANS L'EUTECTIQUE Pb-Bi

III.1. Comportement en fatigue oligocyclique à l'air et à 350°C

Les résultats obtenus lors des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 à l'air, à 350°C sont présentés au Tableau III.1.

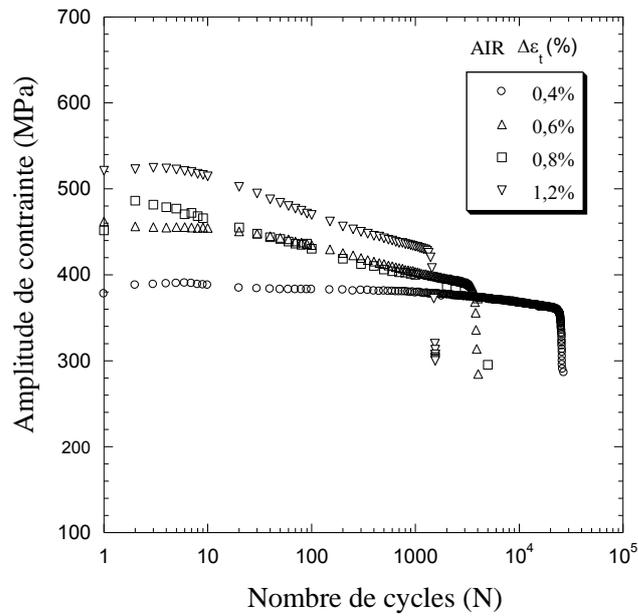
Tableau III.1 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 à l'air
(350°C, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

Résultats au 1/4 Cycle		Résultats au cycle de référence				Nbre de cycles à rupture (Nr)
$\sigma_{1/4}$ (MPa)	$\epsilon_{p1/4}$ (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (MPa)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	
-	*	365	0,38	< 0,01	0,38	26454
-	*	362	0,38	< 0,01	0,38	24436
-	*	395	0,60	0,18	0,42	3930
-	*	395	0,60	0,18	0,42	4533
462	0,04	373	0,77	0,37	0,40	5082
475	0,03	381	0,77	0,36	0,41	5037
539	0,25	420	1,18	0,73	0,45	1756
532	0,26	437	1,18	0,72	0,46	1539

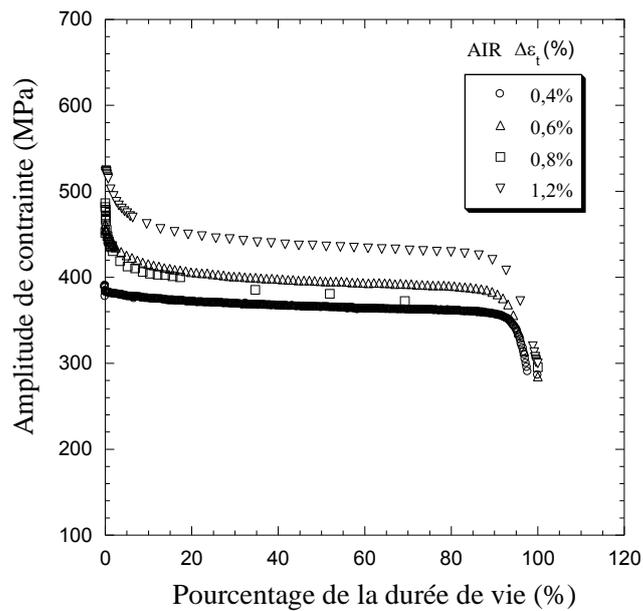
*Le matériau est déformé de manière quasi-élastique.

III.1.1 Accommodation et écrouissage cyclique

Le comportement cyclique de l'acier T91 à l'air pour différentes variations de déformation totale est représenté à la Figure III.1. Les graphiques montrent respectivement l'évolution de l'amplitude de la contrainte ($\Delta\sigma/2$) en fonction du nombre de cycles (N) en échelle semi-logarithmique et en fonction du pourcentage de la durée de vie en échelle linéaire (Figure III.1 a et b).



(a)



(b)

Figure III.1 : Comportement cyclique de l'acier T91 à l'air, 350°C ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $0,4\% \leq \Delta\epsilon_t \leq 1,2\%$) : a) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, b) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie.

Globalement, pour cette température d'essai, l'acier T91 présente un adoucissement cyclique. Pour les variations de déformation totale élevées, $\Delta\epsilon_t$ supérieures ou égales à

0,6%, l'accommodation du matériau présente un adoucissement primaire important suivi d'un adoucissement cyclique secondaire jusqu'à la rupture du matériau. Ces phases d'adoucissement primaire et secondaire sont très marquées de sorte qu'une réelle stabilisation de la contrainte n'est pas observée. Même pour l'essai mené à $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ où l'adoucissement primaire n'apparaît pas, le matériau a tendance à s'adoucir légèrement. La chute finale de la courbe représente la propagation de la fissure en volume qui provoque la rupture finale du matériau.

L'adoucissement cyclique peut être également apprécié à partir des courbes d'érouissage monotone et cyclique (Figure III.2). Elles sont obtenues respectivement à partir des valeurs mesurées sur le premier quart de cycle et à partir des valeurs mesurées sur le cycle de référence.

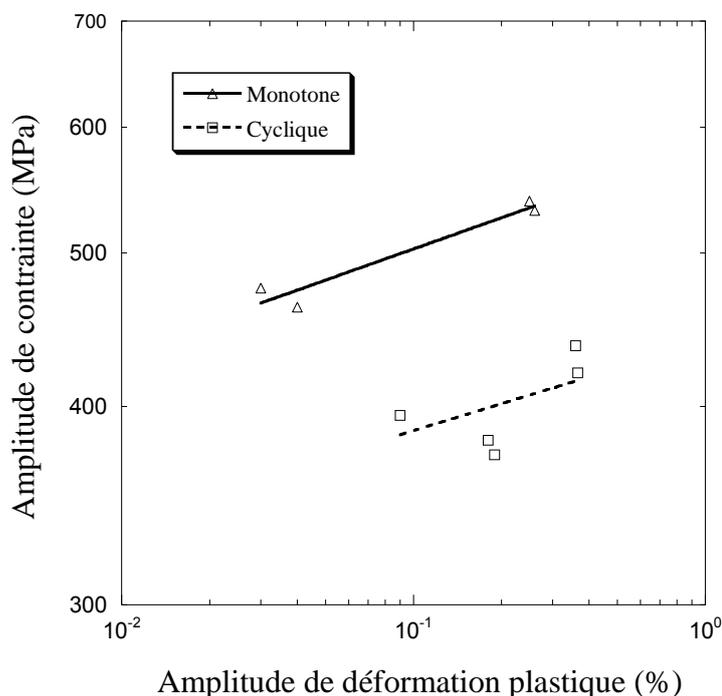


Figure III.2 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 à l'air, à 350°C ($\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Si l'on considère que le matériau ne présente pas de réelle phase de stabilisation (Figure III.1), alors la phase d'accommodation cyclique, durant laquelle germent et croissent les fissures courtes en surface représente 90% de la durée de vie en fatigue et la phase de propagation de la fissure longue en volume les 10 derniers pourcents.

III.1.2 Courbes de résistance à la fatigue

La Figure III.3 présente les courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à l'air à 350°C. Les valeurs des coefficients et exposants de la loi de Basquin, Coffin et Manson :

$\Delta\varepsilon_t = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p = K_e(N_R)^{C_e} + K_p(N_R)^{C_p}$ sont présentées au Tableau III.2.

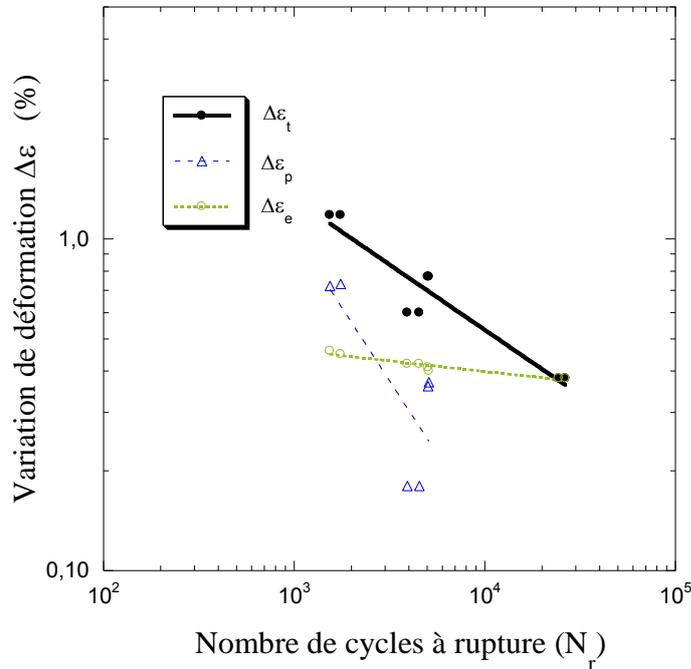


Figure III.3 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à l'air, à 350°C
($\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Tableau III.2 : Coefficients et exposants de Basquin, Manson-Coffin

Fatigue			
Elastique		Plastique	
Ke	Ce	Kp	Cp
0,7166	-0,0637	461	-0,8832

On remarque que la déformation élastique prévaut sur la déformation plastique pour les variations de déformation totale imposée les plus faibles (entre $\Delta\varepsilon_t = 0,4\%$ et $0,6\%$).

III.2 Comportement en fatigue oligocyclique dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($10^{-5}\%$ massique d'oxygène) et à 350°C

Lors des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91, les éprouvettes ont été testées à 350°C en contact direct avec l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, c'est-à-dire sans contrôle de la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi, ni avant et ni durant l'essai. Les résultats obtenus au premier quart de cycle et au cycle de référence et les durées de vie N_r , pour les différentes variations de déformation totale étudiées, sont reportés au Tableau III.3.

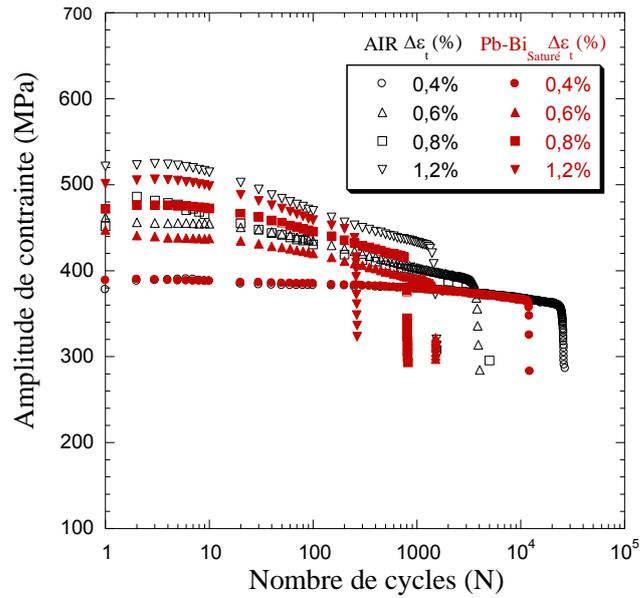
Tableau III.3 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 dans Pb-Bi saturé en oxygène (350°C , $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Résultats au 1/4 Cycle		Résultats au cycle de référence				Nbre de cycles
$\sigma_{1/4}$ (MPa)	$\epsilon_{p1/4}$ (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (MPa)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	à rupture (N_r)
-	*	370	0,38	0,01	0,37	12206
-	*	357	0,38	0,01	0,37	11881
-	*	398	0,55	0,13	0,42	663
-	*	378	0,56	0,16	0,4	1976
-	*	393	0,60	0,18	0,42	1520
-	*	386	0,60	0,19	0,41	1357
-	*	380	0,63	0,23	0,4	1389
492	0,04	426	0,80	0,35	0,45	768
484	0,05	425	0,80	0,35	0,45	811
498	0,18	428	1,18	0,72	0,46	187
531	0,23	456	1,20	0,71	0,49	205
515	0,24	453	1,20	0,72	0,48	265
570	0,28	473	1,48	0,98	0,5	78

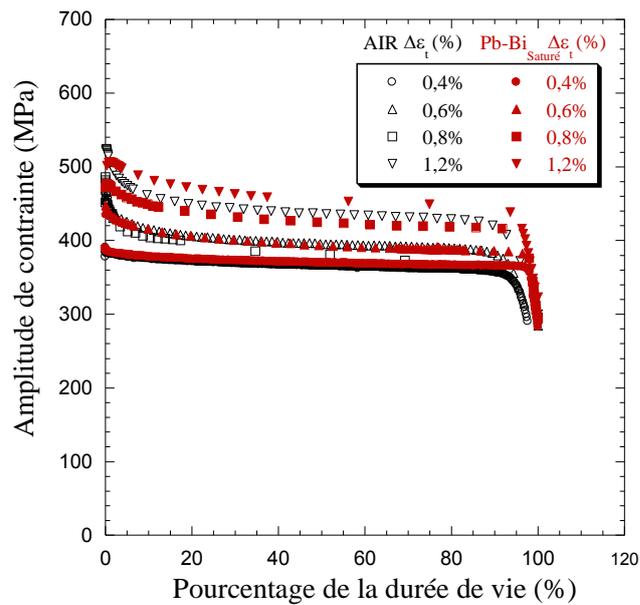
* Le matériau est déformé de manière quasi-élastique.

III.2.1 Comparaison de l'accommodation cyclique à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Le comportement cyclique de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C est représenté à la Figure III.4. Comme pour les essais effectués à l'air, la déformation cyclique imposée conduit à un adoucissement primaire très marqué suivi d'un adoucissement secondaire modéré sans période de réelle stabilisation.



(a)



(b)

Figure III.4 : Comparaison du comportement cyclique de l'acier T91 à 350°C à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $0,4\% \leq \Delta\epsilon_t \leq 1,2\%$) : a) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, b) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie.

Aucun effet important de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sur le niveau des contraintes ou sur leurs évolutions par rapport à ce qui est obtenu à l'air n'est observé. La

légère diminution de l'amplitude de la contrainte pour les essais conduits dans l'eutectique Pb-Bi en comparaison avec les courbes à l'air pour un même niveau de variation de déformation, peut être attribuée à la bonne capacité calorifique de l'eutectique Pb-Bi (meilleure homogénéité de température et de stabilité que l'air).

III.2.2 Comparaison des courbes d'érouissage monotone et cyclique à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Les courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 sollicité à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, sont très proches de celles obtenues lors des essais réalisés à l'air (Figure III.5).

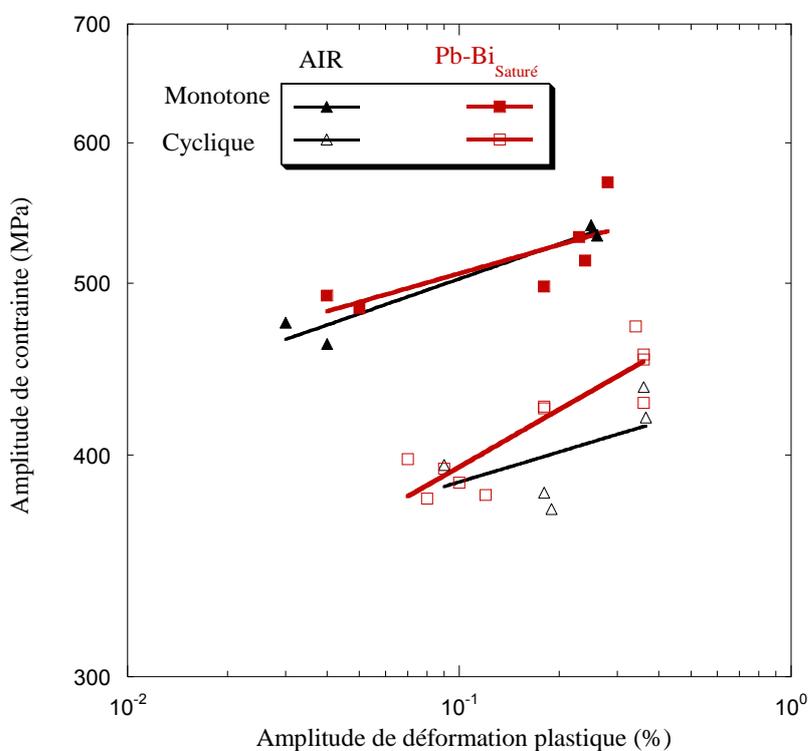
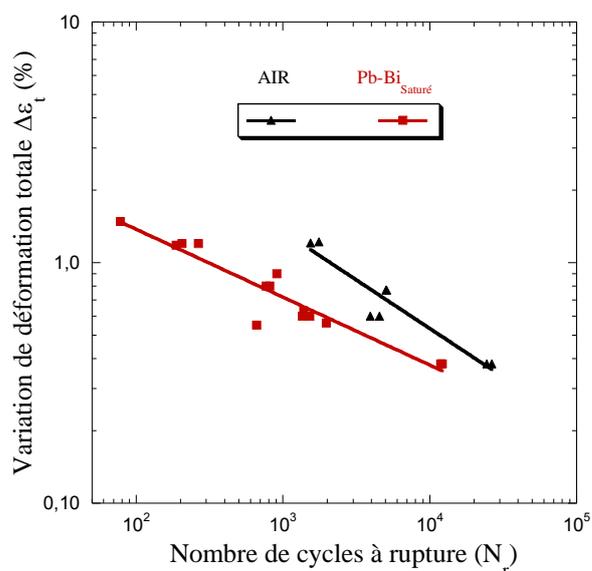


Figure III.5 : Comparaison des courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 à 350°C, à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

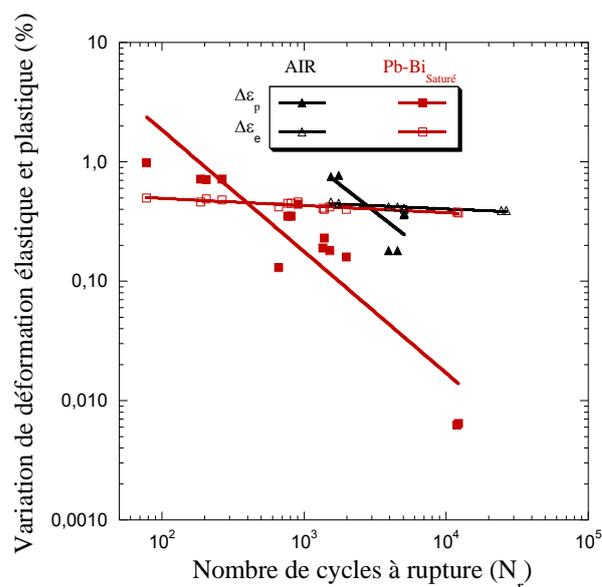
Les valeurs de contrainte au cycle de référence sont inférieures aux valeurs de contrainte au premier quart de cycle pour tous les niveaux de variation de déformation étudiés, ce qui permet de confirmer l'adoucissement cyclique dans les deux milieux.

III.2.3 Comparaison des courbes de résistance à la fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

La Figure III.6.a et la figure III.6.b représentent respectivement l'évolution de la variation de la déformation totale et l'évolution de la variation de déformation plastique et élastique en fonction du nombre de cycles à rupture.



(a)



(b)

Figure III.6 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : a) variation de déformation totale, b) variation de déformation plastique et élastique.

On observe une importante réduction de la durée de vie en fatigue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène en comparaison de celle observée à l'air. Cette réduction dépend de la variation de la déformation totale imposée. Pour les variations de déformation faibles ($\Delta\varepsilon_t = 0,4\%$), la réduction est d'environ 55%, mais pour les variations de déformation plus importantes ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$), cette réduction est plus élevée, environ 85%. La Figure III.6.b montre qu'à même variation de déformation plastique, la durée de vie de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène est nettement plus faible que celle mesurée à l'air. Par contre, les courbes de la déformation élastique sont presque identiques dans les deux milieux (Figure III.6.b), ce qui montre bien le rôle de la déformation plastique sur les phénomènes d'endommagement accéléré par les métaux liquides. De plus, aux faibles variations de déformation totale ($\Delta\varepsilon_t = 0,4\%$ et $0,6\%$), la droite $\Delta\varepsilon_t$ en fonction de N_r relative aussi aux essais réalisés dans le métal liquide tend à se rapprocher de la droite $\Delta\varepsilon_t$ en fonction de N_r relative aux essais réalisés à l'air. Ces résultats sont conformes à ceux observés dans la littérature pour l'acier T91 à 300°C [VERLEENE-2006], à 350°C [GONG-2015] et à 550°C [WEINSENBURGE-2008], et pour l'acier Manet II à 260°C [KALKHOF-2003].

Afin d'évaluer l'influence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sur l'étape de propagation de la fissure longue en volume, la vitesse de propagation a été déterminée à partir de l'évolution des courbes contrainte-nombre de cycles durant les 10 derniers pourcents de la durée de vie, comme expliqué à la section II.3.5 du chapitre II.

Les courbes $N_{5\%-25\%}$ en fonction de la variation de la déformation totale à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, pour les différentes variations de déformation totale, sont présentées à la Figure III.7. On observe que dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, le nombre de cycles nécessaires à la propagation de la fissure macroscopique est réduit d'un facteur d'environ huit par rapport à celui à l'air. Ceci confirme qu'une fois la fissure longue amorcée, la présence de l'eutectique Pb-Bi accélère sa propagation. Ce constat est indépendant de l'effet de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sur la durée de vie N_r qui est associée à l'évolution des fissures courtes en surface.

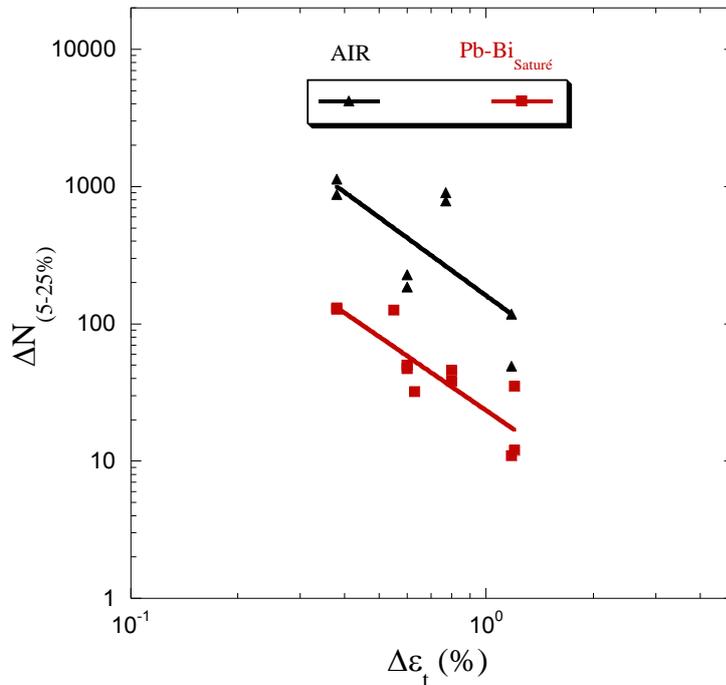
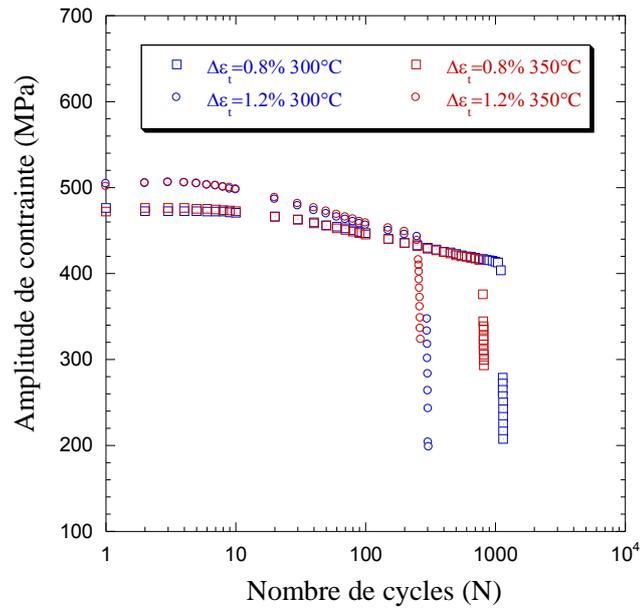


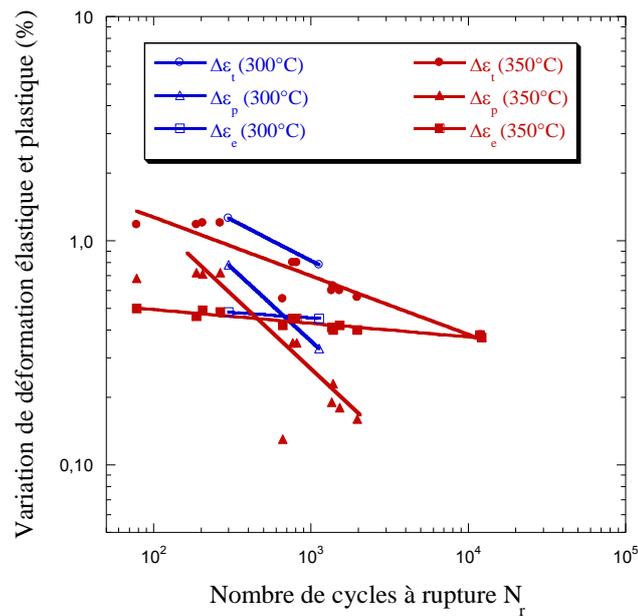
Figure III.7 : Nombre de cycles nécessaires à la propagation de la fissure macroscopique longue dans l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, en fonction de la variation de la déformation totale.

III.2.4 Effet de la température d'essai et, de la variation de la composition chimique et du traitement thermique de l'acier sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Afin d'évaluer l'effet de la température sur le comportement de l'acier T91, des essais de fatigue ont été réalisés à 300°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. La Figure III.8 montre la comparaison entre les résultats de l'accommodation cyclique et de la durée de vie à 300°C et 350°C.



(a)



(b)

Figure III.8 : Effet de la température sur le comportement de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène : a) accommodation cyclique à $\Delta\varepsilon_t = 0,8\%$ et $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$ ($\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) ; b) durée de vie.

L'augmentation de la température d'essai, de 300°C à 350°C, conduit à une diminution de la durée de vie en fatigue oligocyclique. Cette diminution est d'environ 30% pour les

variations de déformation totale élevées ($\Delta\epsilon_t = 0,8\%$ et $1,2\%$). Néanmoins, aucun effet sur les valeurs de contrainte n'est perçu.

La résistance à la fatigue de l'acier T91 de cette étude (acier MatISSE) a été comparée avec la résistance à la fatigue d'autres alliages T91 de différentes provenances et avec de très légères différences dans le traitement thermique (Figure III.9). L'acier T91 MatISSE et DEMETRA (présenté chapitre II section II.1) diffèrent uniquement par leurs traitements thermiques. Rappelons que, l'acier T91 DEMETRA est le même que l'acier MatISSE (même composition chimique, même élaboration) mais a subi, au laboratoire, le traitement suivant : austénitisation à 1050°C pendant une heure, trempe à l'air suivi d'un revenu à 750°C pendant une heure et refroidissement à l'air. L'acier T91 Ascometal [VERLEENE-2005] a aussi été traité suivant ce traitement thermique, cependant il provient d'un autre fournisseur (autre mode d'élaboration, autre composition, autre transformation). Des modifications dans le comportement en fatigue sont observées. En effet, la résistance à la fatigue varie selon la provenance de l'alliage. La variation dans le traitement thermique semble avoir plus d'influence que les écarts dans la composition chimique.

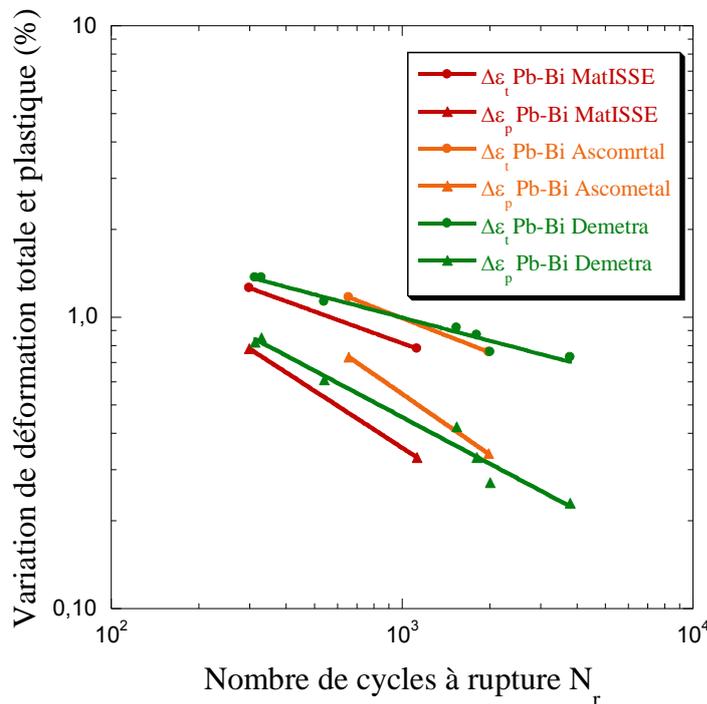


Figure III.9 : Résistance à la fatigue de l'acier T91 de différentes provenances dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 300°C .

III.3 Effet de la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C

L'effet de la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi sur le comportement en fatigue de l'acier T91 à 350°C a été évalué. En suivant la procédure de purification de l'eutectique Pb-Bi exposée dans la section II.3 du chapitre 2, les essais ont été effectués pour une teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi comprise entre 10^{-7} et 10^{-9} % massique. Les résultats obtenus pour différentes variations de déformation totale sont reportés au Tableau III.4.

Tableau III.4 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi bas taux oxygène (350°C, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

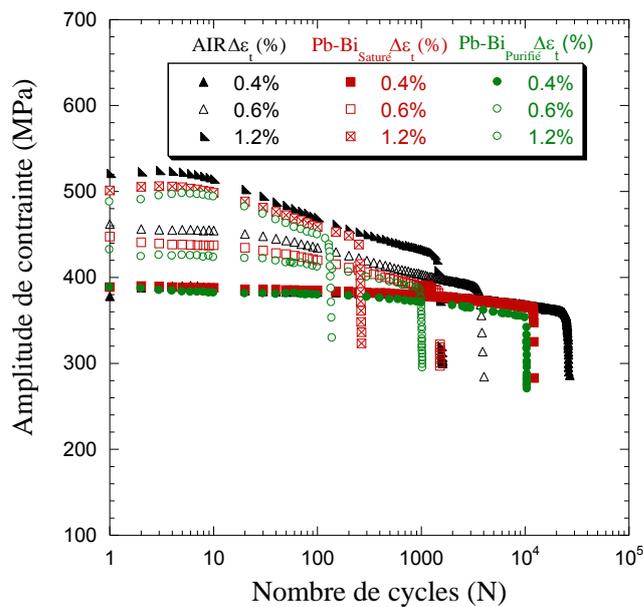
Résultats au 1/4 Cycle		Résultats au cycle de référence				Nbre de cycles à rupture (Nr)
$\sigma_{1/4}$ (MPa)	$\epsilon_{p1/4}$ (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (MPa)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	
-	*	359	0,39	< 0,01	0,39	10509
-	*	376	0,40	< 0,01	0,39	5986
-	*	408	0,49	0,06	0,43	622
-	*	395	0,62	0,20	0,42	1034
-	*	398	0,63	0,21	0,42	1909
-	*	423	0,65	0,20	0,45	401
-	*	423	0,65	0,20	0,45	424
450	0,04	407	0,74	0,31	0,43	1481
439	0,03	398	0,74	0,32	0,42	1206
463	0,02	452	0,76	0,28	0,48	225
469	0,10	429	0,87	0,41	0,46	517
470	0,10	426	0,88	0,43	0,45	627
485	0,14	421	0,91	0,46	0,45	541
492	0,15	426	1,00	0,55	0,45	647
490	0,18	436	1,03	0,57	0,46	210
481	0,20	417	1,03	0,59	0,44	428
528	0,22	482	1,18	0,67	0,51	108
510	0,25	456	1,18	0,69	0,49	139
497	0,23	459	1,18	0,69	0,49	136

* Le matériau est déformé de manière quasi-élastique.

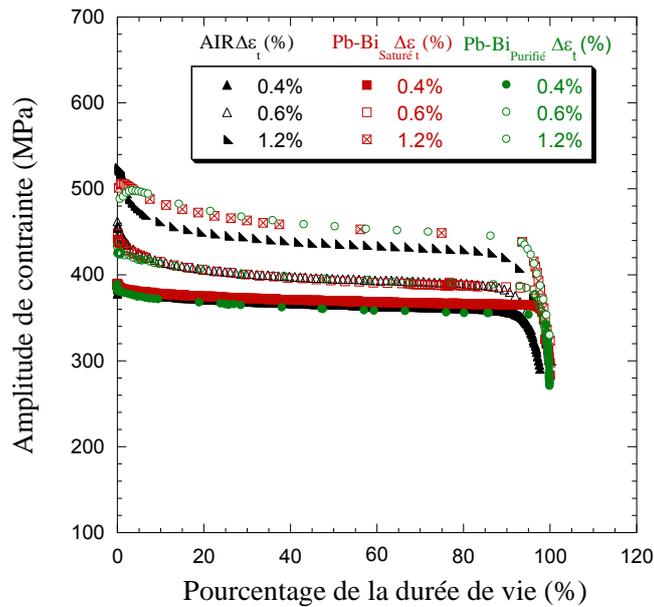
Les résultats seront classés en deux lots (section III.3.3) ; les valeurs en italique correspondent aux essais du lot 2.

III.3.1 Comparaison de l'accommodation cyclique à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et Pb-Bi bas taux en oxygène

Les courbes de l'accommodation cyclique de l'acier T91 sollicité à 350°C à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène, pour les différentes variations de déformation totale, sont présentées à la Figure III.10. Elles sont très similaires pour les trois milieux. Pour les essais dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux en oxygène, on retrouve les mêmes phases d'accommodation cyclique observées à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, à savoir un adoucissement primaire très marqué suivi d'un adoucissement secondaire modéré qui se produit jusqu'à la rupture du matériau. Indépendamment du milieu, l'évolution de la contrainte cyclique est similaire pour toutes les variations de déformation totale évaluées. Ceci met en évidence que la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide n'a aucune influence sur les niveaux de contraintes ou leurs évolutions, ni sur les propriétés volumiques du matériau.



(a)



(b)

Figure III.10 : Accommodation cyclique de l'acier T91 à 350°C, à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène (350°C, et $0,4\% \leq \Delta \varepsilon_t \leq 1,2\%$) : a) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, b) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie.

III.3.2 Comparaison des courbes d'érouissage monotone et cyclique à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène

Les courbes d'érouissage monotone et cyclique de l'acier T91 relatives aux essais menés dans les trois milieux sont représentées à la Figure III.11. Nous confirmons que l'adoucissement cyclique est indépendant du milieu.

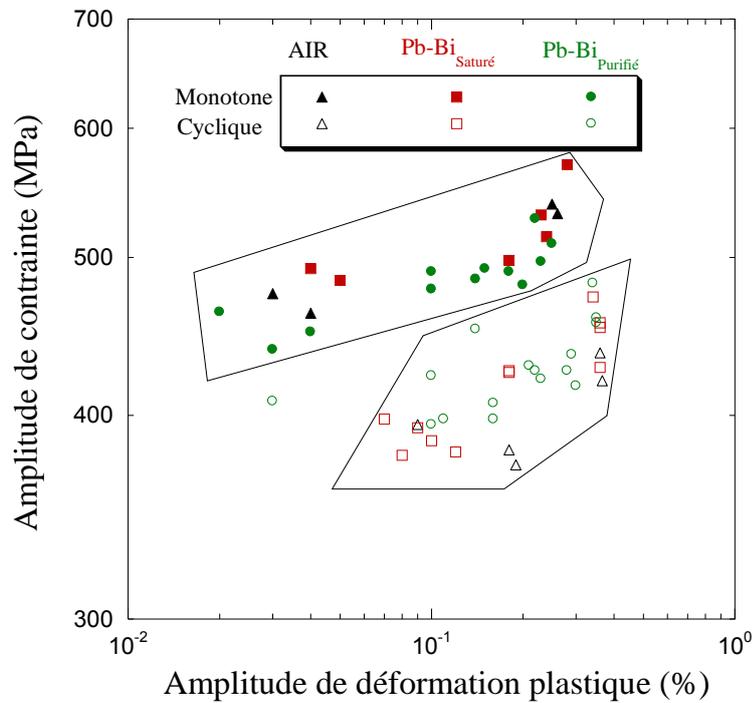
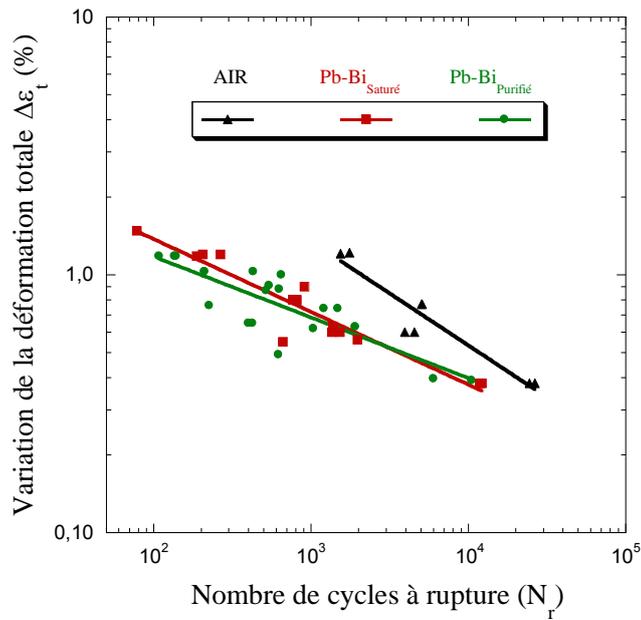


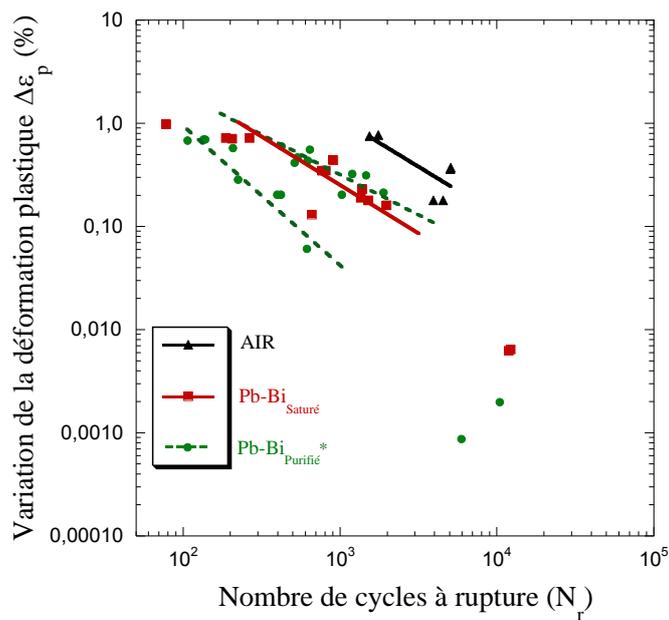
Figure III.11 : Courbes d'écrouissage monotone et cyclique de l'acier T91 à 350°C à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène.

III.3.3 Comparaison de la résistance à la fatigue à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène

La Figure III.12 montre les courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 dans les trois milieux. On observe que la présence de l'eutectique Pb-Bi (saturé ou à bas taux en oxygène) réduit significativement la durée de vie en fatigue de l'acier T91 par rapport à l'air.



(a)



(b)

Figure III.12 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 350°C, à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène : a) variation de la déformation totale, b) variation de la déformation plastique.

Cependant, les résultats des essais réalisés dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène semblent pouvoir être classés selon deux lots de données (Figure III.12.b) :

- le lot 1 correspond à l'ensemble des données pour lesquelles les essais effectués en eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène ont conduit à des durées de vie en fatigue proches de celles mesurées dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène,
- le lot 2 correspond à l'ensemble de données pour lesquelles les essais effectués dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène ont conduit à des durées de vie en fatigue plus courtes que celles obtenues dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.

Compte tenu du fait que la teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi variait d'un essai à l'autre, de 10^{-7} à 10^{-9} % massique, nous avons alors tenté de relier les lots aux teneurs en oxygène. Cependant, aucune corrélation n'a pu être établie entre la teneur en oxygène du métal liquide en fin de purification et l'appartenance à l'un des deux lots, c'est à dire que les durées de vie des lots 1 et 2 sont associées indifféremment à des teneurs en oxygène comprises entre 10^{-7} et 10^{-9} % massique.

Les résultats obtenus dans notre étude, à savoir la réduction de la durée de vie en présence de l'eutectique Pb-Bi, sont cohérents avec les seuls résultats publiés (Figure III.13) à ce jour par Gong *et al* [GONG-2015] dans des conditions apparemment quasi similaires.

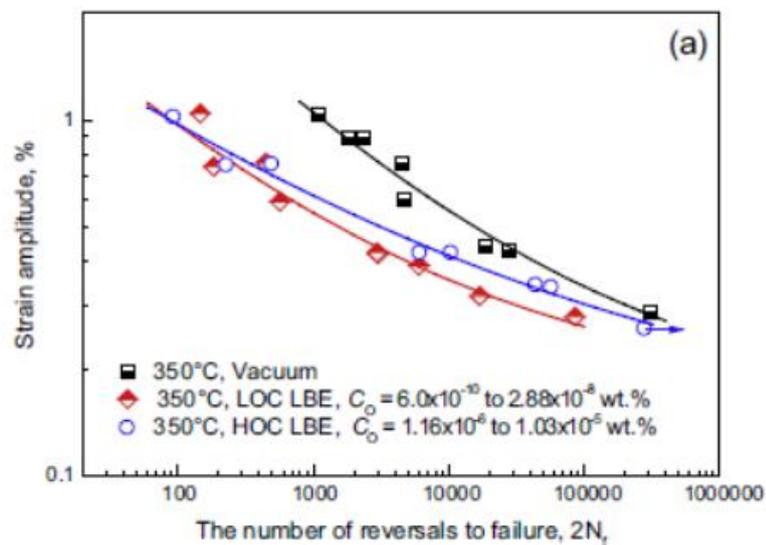


Figure III.13 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 350°C, dans le vide, et dans l'eutectique Pb-Bi proche de la saturation en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène [GONG-2015]

En particulier, aux amplitudes de déformation élevées, nos durées de vie sont similaires à leur étude. En revanche, aux faibles amplitudes de déformation, nos durées de vie sont plus faibles d'un facteur 8 par rapport à celles obtenues dans l'étude de Gong *et al*. Cette différence ne peut pas s'expliquer par une simple dispersion expérimentale. L'origine de cette différence est attribuée aux légères différences de conditions expérimentales. En

effet, notre méthodologie consiste à installer l'éprouvette figée dans la cuve contenant l'eutectique Pb-Bi, de faire fondre le métal liquide autour de l'éprouvette, d'attendre la stabilisation en température (environ 30 à 45 minutes) et enfin de démarrer l'essai de fatigue proprement dit. Gong *et al* procèdent différemment puisqu'ils immergent l'éprouvette dans l'eutectique Pb-Bi durant 10 heures à 400°C avant de lancer l'essai à 350°C. Dans le cas des essais en eutectique à faible teneur en oxygène, la diminution de la teneur en oxygène s'effectue durant cette phase de pré-immersion. Cette phase de pré-immersion conduit à la formation d'une couche d'oxyde d'une épaisseur de quelques micromètres, y compris pour les essais à faible teneur en oxygène. Nos conditions expérimentales ne permettent pas d'obtenir une telle couche d'oxyde. Cette couche d'oxyde épaisse se comporte comme un revêtement protecteur, notamment aux faibles amplitudes de déformation.

La vitesse de propagation en volume de la fissure longue dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène a été évaluée et comparée à celle déterminée dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. Les résultats sont présentés à la Figure III.14. De nouveau, dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène, les valeurs de la vitesse de propagation peuvent être classées en deux lots. Pour le lot 1 (Figure III.14), pour toutes les variations de déformation totale, la vitesse de propagation dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène est proche, avec toutefois une légère différence avec celle obtenue dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. Par contre, pour les essais du lot 2 (Figure III.14), la vitesse de propagation est environ 80% plus grande que celle obtenue avec les essais dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. Ce résultat montre l'influence possible de la teneur en oxygène sur l'étape de propagation de la fissure macroscopique.

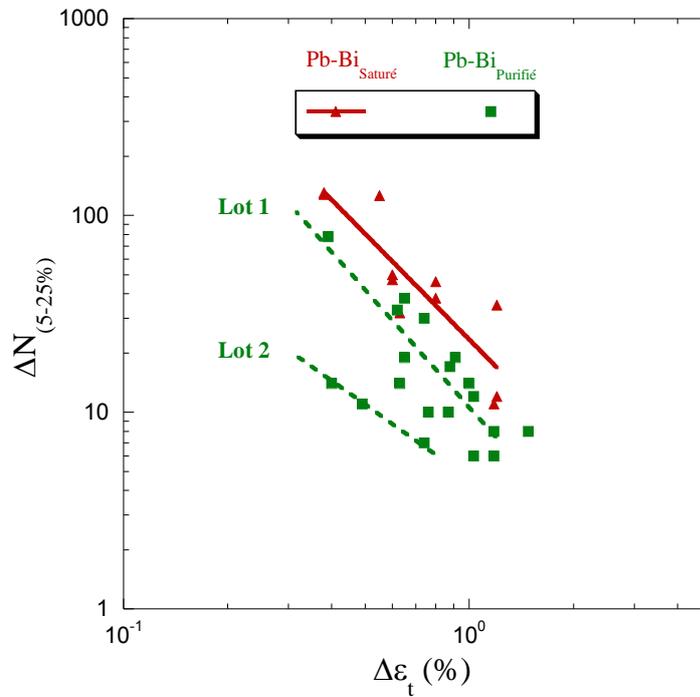


Figure III.14 : Nombre de cycles nécessaires à la propagation en volume de la fissure longue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène, en fonction de la variation de la déformation totale.

III.4 Effet de la vitesse de déformation sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

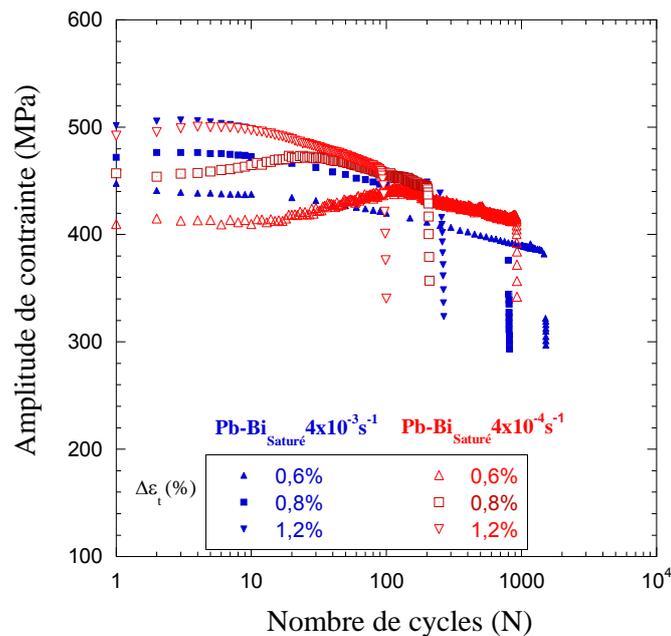
Le comportement en fatigue de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène a été évalué à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et comparé avec le comportement obtenu à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à une vitesse de déformation de $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, à la même température (Figure III.15). Les résultats sont reportés au Tableau III.5.

Tableau III.5 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 dans Pb-Bi saturé en oxygène (350°C , $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

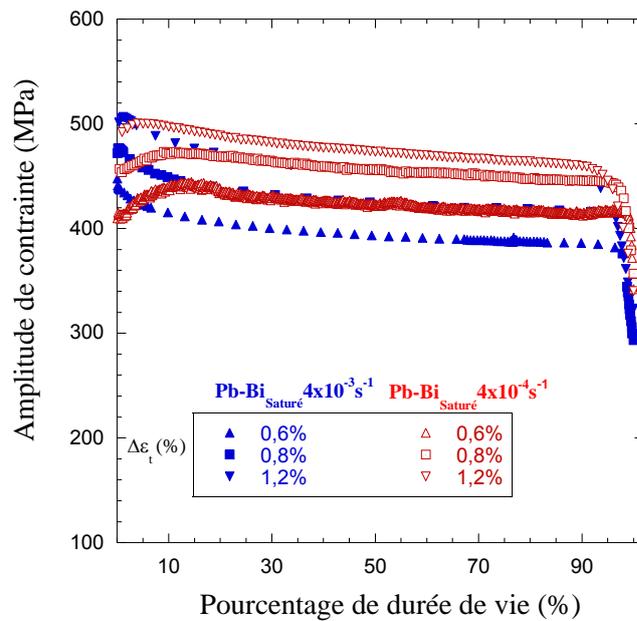
Résultats au 1/4 Cycle		Résultats au cycle de référence				Nbre de cycles
$\sigma_{1/4}$ (MPa)	$\epsilon_{1/4}$ (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (MPa)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	à rupture (Nr)
-	*	377	0,38	0,05	0,33	11707
-	*	423	0,66	0,21	0,45	928
-	*	447	0,72	0,24	0,48	225
478	0,05	457	0,85	0,36	0,49	209
541	0,01	435	0,88	0,42	0,46	294
504	0,24	473	1,17	0,67	0,50	100
518	0,26	471	1,20	0,70	0,50	69

* Le matériau est déformé de manière quasi-élastique.

La diminution de la vitesse de déformation semble conduire à quelques modifications dans la réponse cyclique. Tout d'abord, pour les essais conduits à $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, un durcissement cyclique apparaît avant l'adoucissement cyclique. Ce durcissement occupe une durée d'autant plus longue que la variation de déformation est faible. Elle représente environ 15 % de la durée de vie du matériau pour l'essai réalisé à $\Delta\epsilon_t = 0,6\%$ et 5% pour l'essai conduit à $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$. Pour les essais réalisés à faible variation de déformation, le durcissement initial est tellement important que les contraintes mesurées dans la phase d'adoucissement consécutive demeurent supérieures à celles mesurées lors des essais à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Ces résultats surprenants nécessitent de réaliser des essais supplémentaires.



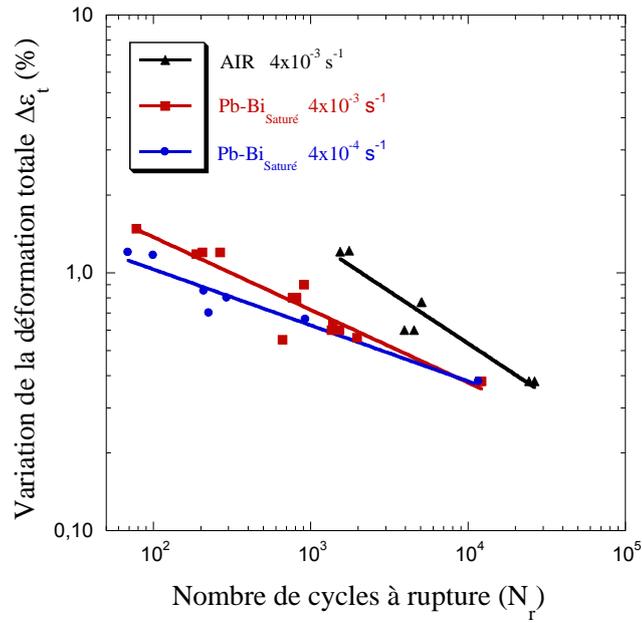
(a)



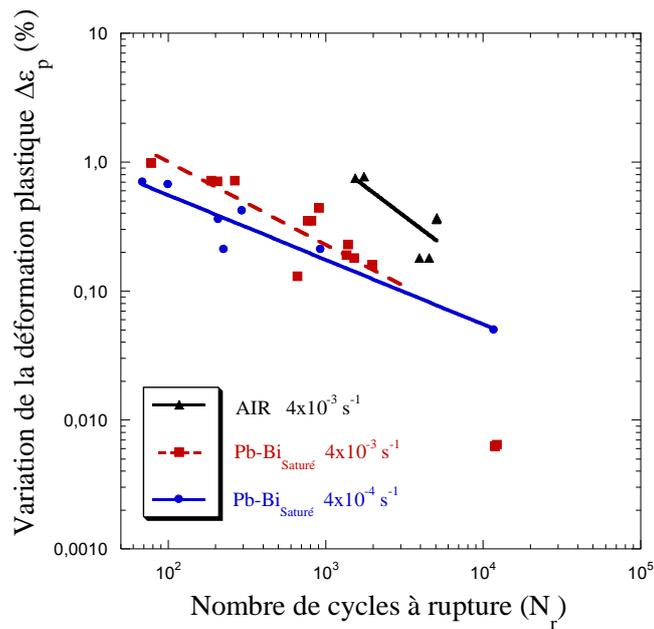
(b)

Figure III.15 : Comportement cyclique de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C aux vitesses de déformation $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$: a) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, b) évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie.

Les courbes de résistance à la fatigue présentées à la Figure III.16 montrent que l'influence de la vitesse de déformation dépend de la variation de la déformation totale imposée. Pour les hauts niveaux de déformation totale, par comparaison avec les essais réalisés à l'air, la réduction de la durée de vie des essais menés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ est plus importante que celle des essais menés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Par contre, pour les niveaux de déformation totale les plus faibles, les durées de vie des essais réalisés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sont pratiquement similaires quelles que soient les vitesses de déformation ici étudiées. A $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$ et $1,2\%$, la durée de vie dans l'eutectique Pb-Bi à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ est réduite respectivement d'environ 3% et 54%, par rapport à la durée de vie dans l'eutectique Pb-Bi à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Ces résultats sont en accord avec ceux de Gong *et al* [GONG-2015]. Néanmoins, il existe un important décalage entre leurs durées de vie et les nôtres.



(a)



(b)

Figure III.16 : Effet de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) sur la résistance à la fatigue de l'acier T91 à 350°C, à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène selon : a) la variation de la déformation totale, b) la variation de la déformation plastique.

Les vitesses de propagation en volume de la fissure longue dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ont également été déterminées

(Figure III.17) pour être comparées à celles mesurées dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Pour l'essai mené à $\Delta\epsilon_t = 0,4\%$, la vitesse de propagation semble insensible à la vitesse de déformation. Pour les autres essais, la valeur calculée $\Delta N_{(5-25\%)}$ est très faible, c'est-à-dire que la propagation est très rapide, et similaire quel que soit l'essai considéré.

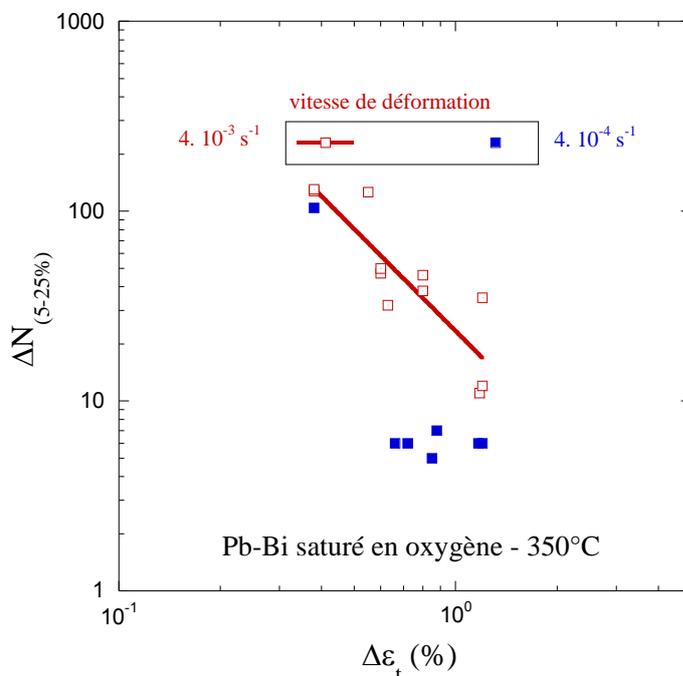


Figure III.17 : Nombre de cycles nécessaires à la propagation en volume de la fissure longue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en fonction de la variation de la déformation totale.

III.5 Effet d'un temps de maintien sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

III.5.1 L'accommodation cyclique

Afin de se rapprocher de conditions réelles d'un matériau ou composant en service, des essais de fatigue avec un signal de pilotage trapézoïdal ont été réalisés. Pour cela, nous avons introduit un temps de maintien en traction de 600s (Figure III.18), tout en conservant les autres conditions expérimentales des essais de fatigue avec un signal triangulaire. L'introduction d'un temps de maintien augmente significativement la durée

des essais, ce qui a limité le nombre d'essais. En prenant en compte un éventuel phénomène de fatigue-relaxation associé à la température d'essai lors du maintien, nous avons défini les valeurs de contrainte et les valeurs de déformation, à partir de la valeur de charge maximale obtenue lors de chaque cycle de charge. Le Tableau III.6 présente les résultats obtenus au premier quart de cycle et au cycle de référence pour les différentes variations de déformation totale étudiées.

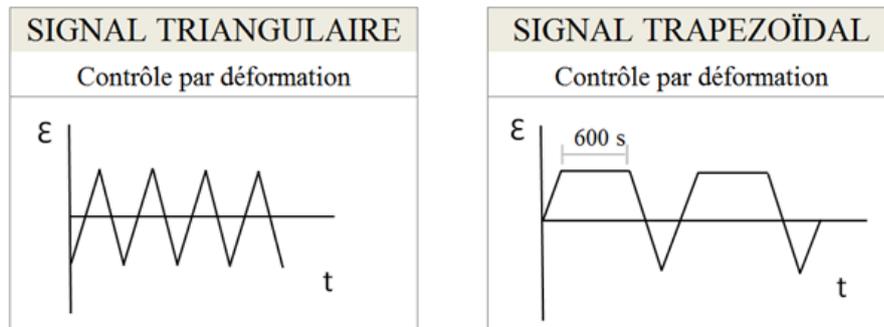


Figure III.18 : Schéma d'un signal de pilotage triangulaire et d'un signal trapézoïdal avec un temps de maintien de 600s en traction.

Tableau III.6 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, avec un temps de maintien de 600 secondes en traction (350°C , $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

Résultats au 1/4 Cycle		Résultats au cycle de référence				Nbre de cycles à rupture (N_r)
$\sigma_{1/4}$ (MPa)	$\epsilon_{1/4}$ (%)	σ_a (MPa)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (MPa)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	
-	*	380	0,53	0,13	0,4	950
483	0,05	415	0,77	0,33	0,44	280
479	0,03	428	0,78	0,32	0,46	372
518	0,42	451	1,17	0,69	0,48	168

* Le matériau est déformé de manière quasi-élastique.

Les courbes de l'accommodation cyclique pour les essais avec et sans temps de maintien sont présentées à la Figure III.19. Ils montrent que le temps de maintien n'a aucun effet important ni sur l'accommodation cyclique, ni sur les niveaux de contrainte par rapport à ceux obtenus avec un signal triangulaire.

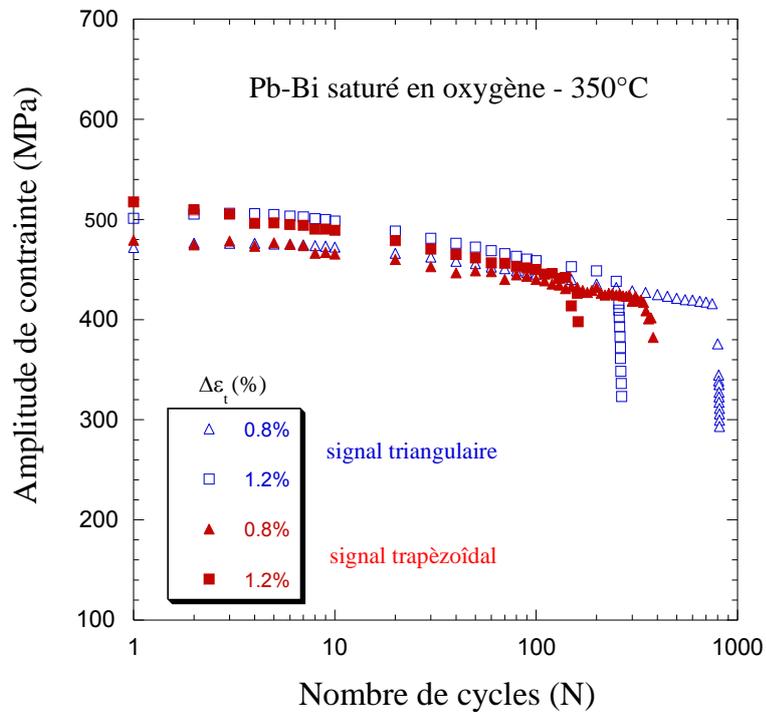
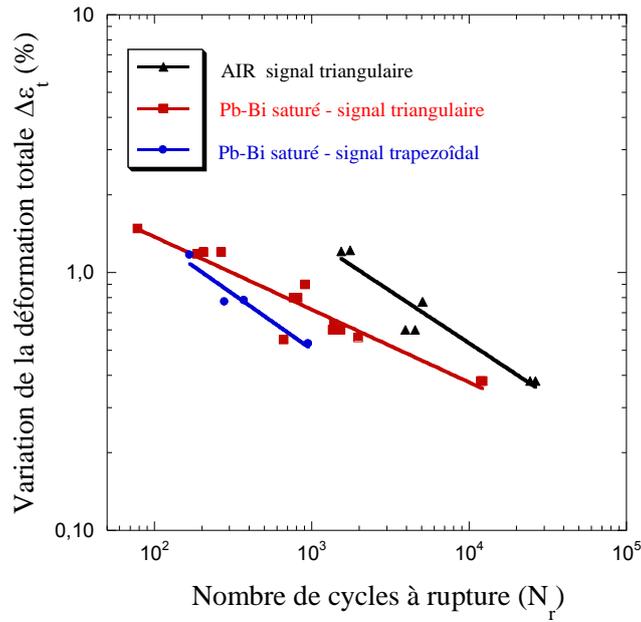


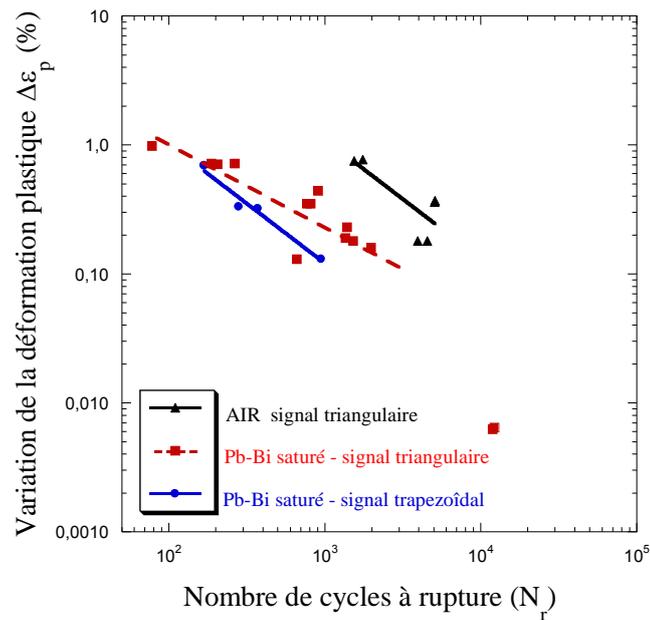
Figure III.19 : Influence d'un temps de maintien sur l'accommodation cyclique de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

III.5.2 La résistance à la fatigue

L'introduction d'un temps de maintien de 600s en traction diminue la durée de vie en fatigue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. La Figure III.20 montre que cette diminution est plus importante pour les niveaux de déformation faibles. Pour une variation de déformation de $\Delta\epsilon_t = 0,6\%$, la réduction de la durée de vie est d'environ 52%, alors qu'à $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ la réduction de la durée de vie est d'environ 8%.



(a)



(b)

Figure III.20 : Courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 à 350°C, à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal triangulaire, et dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal trapézoïdal ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $0,6\% \leq \Delta\epsilon_t \leq 1,2\%$) : a) variation de la déformation totale, b) variation de la déformation plastique.

III.6 Etude de l'endommagement de l'acier T91 après essais de fatigue à 350°C

L'observation métallographique des échantillons après essais de fatigue nous a permis d'identifier les caractéristiques de l'endommagement par fatigue de l'acier T91 à 350°C à l'air, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène, pour les différentes conditions expérimentales étudiées.

Elle est basée sur les observations par microscopie optique (MO) et par microscopie électronique à balayage (MEB). Les échantillons ont été classés en deux groupes. Le premier correspond aux éprouvettes cyclées jusqu'à rupture finale (séparation en deux parties) pour l'analyse des faciès de rupture. Le deuxième groupe comprend les éprouvettes dont le cyclage a été interrompu dès le début de la propagation de la fissure longue en volume. L'essai est interrompu dès que la valeur de la contrainte en traction chute de 25% par rapport à la contrainte pseudo stabilisée. Ces éprouvettes seront coupées parallèlement à leur axe longitudinal afin d'observer les fissures courtes et leur évolution en volume.

III.6.1 Etude des échantillons fatigués à l'air

Les faciès de rupture des échantillons testés à l'air sont très irréguliers (Figure III.21.a).

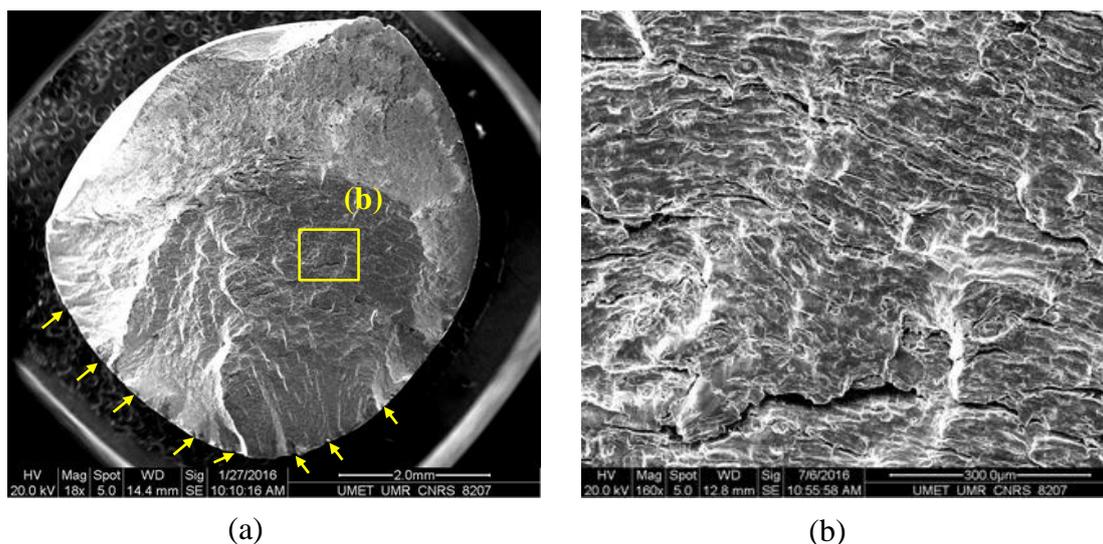


Figure III.21 : a) Faciès de rupture de l'acier T91 testé à l'air à 350°C ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$) ; b) stries de fatigue et fissure secondaire.

Les faciès montrent une grande rugosité et de multiples sites d'amorçage (indiqués par les flèches). Après l'amorçage, les fissures se propagent en volume, ce qui réduit la section utile, conduisant à la rupture finale.

Les stries de fatigue ont été observées (Figure III.21.b), même si leur mise en évidence n'est pas aisée. Chaque strie représente l'avancée de la fissure principale durant un cycle de charge, et la distance de séparation entre elles est un indicateur de la vitesse de propagation. Cette distance devient plus importante avec l'augmentation de la variation de déformation imposée et au fur et à mesure de l'avancée de la fissure dans le volume de l'éprouvette. Par exemple, au milieu de la surface, la distance inter-stries est d'environ $25\mu\text{m}$ pour $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, et de $1\mu\text{m}$ pour $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$. De nombreuses fissures secondaires ont été observées dans la zone de propagation par fatigue. Enfin, la zone de rupture finale en traction présente des cupules typiques d'un mode de rupture ductile.

Une coupe longitudinale d'un échantillon rompu par fatigue à l'air est présentée à la Figure III.22.

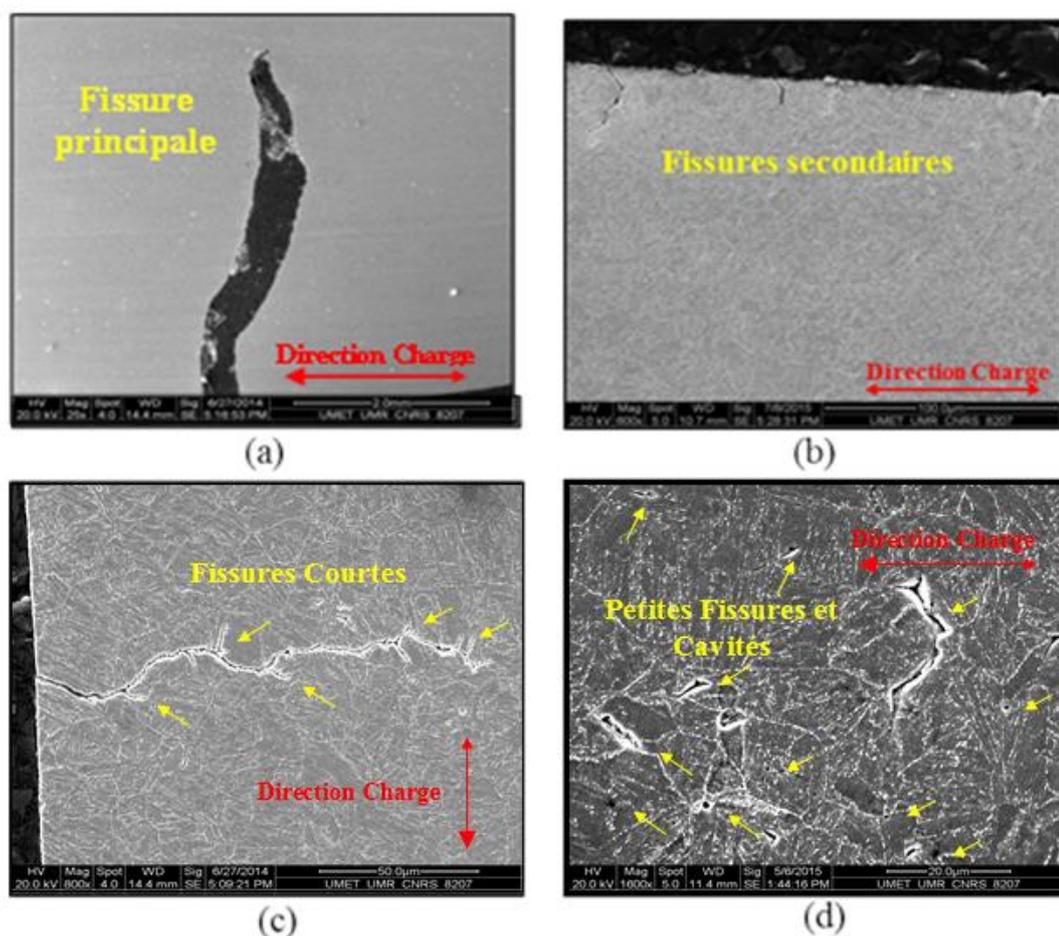


Figure III.22 : Observation MEB de la coupe longitudinale d'un échantillon rompu à l'air, à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$) : a) trajectoire de la fissure principale, b) fissures secondaires au bord de l'échantillon, c) ramifications autour d'une fissure secondaire, d) fissures internes.

On observe que la fissure principale est amorcée avec un certain angle par rapport à l'axe de chargement et que sa trajectoire change lors de sa propagation en volume (Figure III.22.a). En plus de la fissure principale, de nombreuses fissures secondaires de taille comprise entre 20 et 100 μm ont été observées partant du bord de l'échantillon (Figure III.22.b). Le nombre et la taille des fissures secondaires dépendent de la variation de déformation totale imposée. La majorité d'entre elles sont amorcées à 45° par rapport à l'axe de sollicitation et de manière transgranulaire (par rapport à l'ancien joint de grain austénitique), mais elles changent de direction lors de leur propagation. La fissure principale et certaines fissures secondaires dont la taille dépassent au moins deux fois celle de l'ancien grain austénitique sont accompagnées de ramifications également inclinées à 45° par rapport à l'axe de sollicitation (Figure III.22.c). Une autre caractéristique particulière est l'apparition de petites fissures internes près du bord de l'échantillon et autour des fissures (Figure III.22.d).

III.6.2 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Les faciès de rupture des échantillons rompus par fatigue dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ont été observés au MEB (Figure III.23.a).

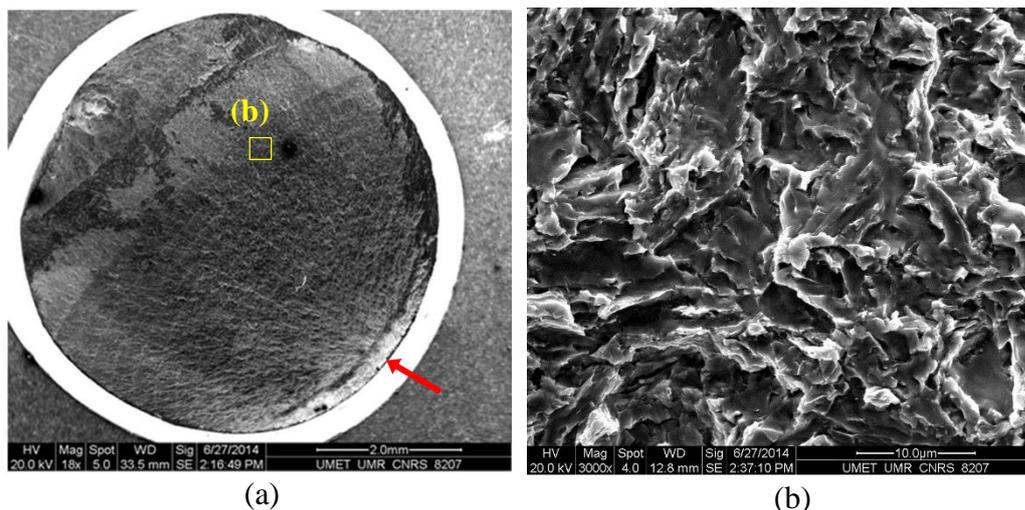


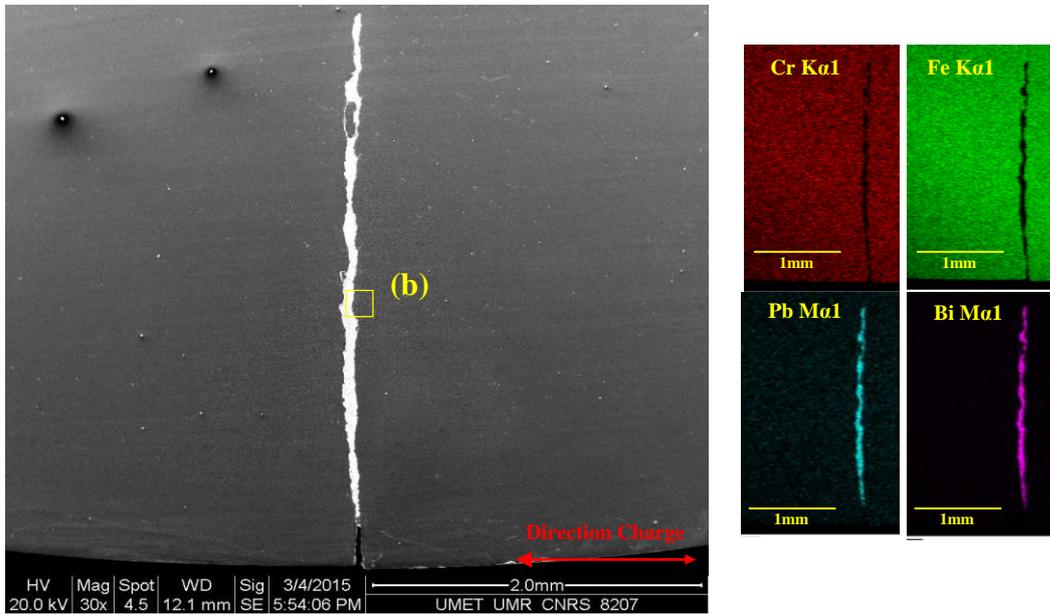
Figure III.23 : a) Faciès de rupture de l'acier T91 testé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\epsilon_f = 1,2\%$) ; b) rupture fragile transgranulaire entre deux stries de fatigue de la zone notée (b).

Les faciès sont plans, perpendiculaires à l'axe de sollicitation et pour toutes les variations de la déformation totale imposée, un seul site d'amorçage a été observé. Les stries de fatigue sont très marquées et visibles à l'œil nu témoignant d'une vitesse de propagation élevée. De manière à illustrer cette vitesse de propagation élevée lors des essais dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène par rapport celle des essais menés à l'air, nous avons mesuré la distance inter-stries à différents endroits de la zone d'amorçage. Pour l'essai réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, la distance entre les stries à une distance de 1,8mm du site d'amorçage est d'environ 0,20mm, tandis que la distance entre stries à 3,2mm du site d'amorçage est d'environ 0,26mm. Celles-ci sont environ 10 fois plus grandes que celles mesurées sur les échantillons rompus à l'air. Cela valide le fait que l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène augmente la vitesse de propagation en volume de la fissure longue, comme cela a été montré à la section III.2.3 de ce chapitre.

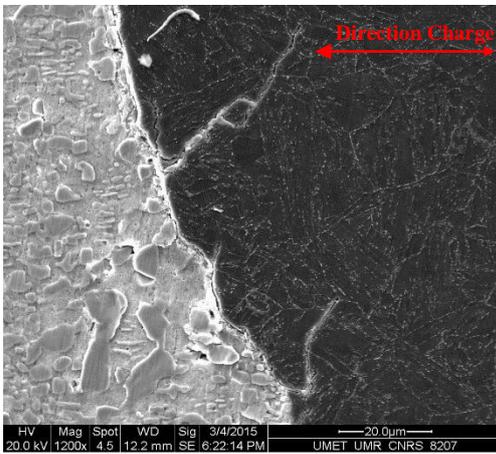
Par ailleurs, la morphologie du faciès de rupture entre deux stries est typique d'une rupture fragile transgranulaire (Figure III.23.b).

Contrairement aux éprouvettes rompues à l'air, les éprouvettes rompues dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sont quasi exemptes de fissures courtes secondaires (Figure III.24.a). Dans la plupart des échantillons évalués, il a été possible d'observer que la fissure principale (seule une fissure secondaire a été observée à 0,6% de variation de déformation). La trajectoire de la fissure principale est différente de celle observée pour les éprouvettes rompues à l'air. Dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, la fissure principale est quasi rectiligne et perpendiculaire à l'axe de sollicitation.

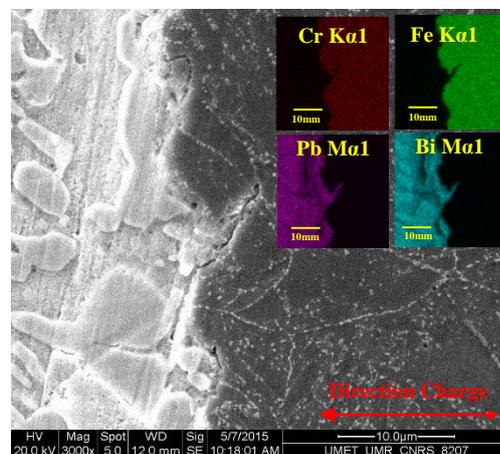
Les cartographies EDX présentées aux Figures III.24 a et c montrent la présence du plomb et du bismuth à l'intérieur de la fissure principale et à l'intérieur des petites ramifications proches de celle-ci (Figures III.24 b et c). Ceci met en évidence que le métal liquide accompagne l'avancée de la fissure depuis le site d'amorçage jusqu'au cœur du matériau.



(a)



(b)



(c)

Figure III.24 : Observation MEB des coupes longitudinales de l'acier T91 rompu à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\Delta\epsilon_t = 0,6\%$) : a) trajectoire et analyse EDX de la fissure principale ; b) détail des ramifications autour de la fissure principale, c) détail et analyse EDX d'une ramification.

De plus, la présence de petites cavités et de petites fissures internes près du bord des échantillons et autour des fissures a été observée (Figure III.25). Les petites cavités sont localisées également à l'intérieur et à la pointe des fissures et des ramifications. Elles semblent imprimer la trajectoire que les fissures vont emprunter (Figure III.25).

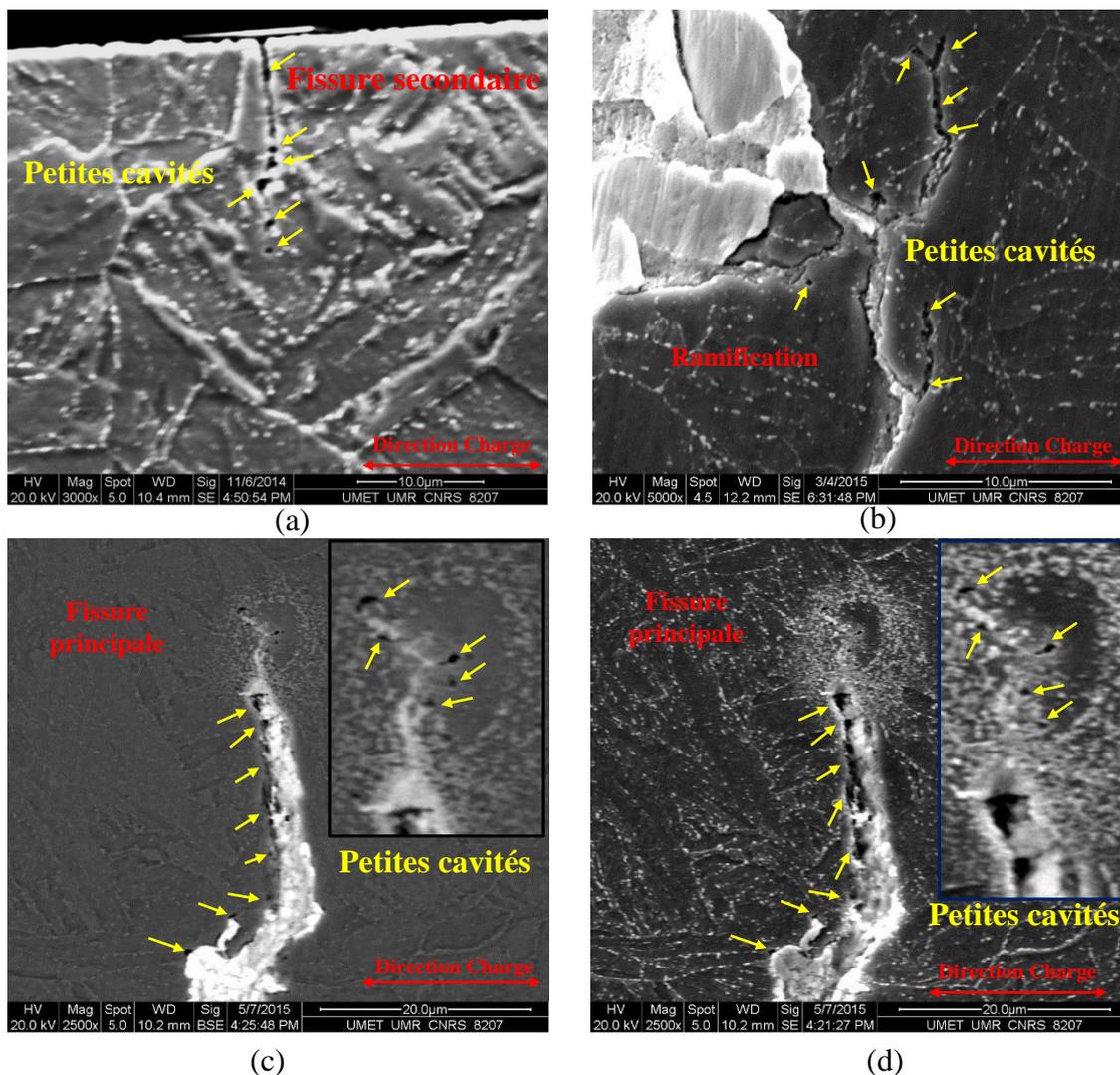


Figure III.25 : a) Petites cavités dans une fissure courte ($\Delta\epsilon_t = 0,6\%$) ; b) petites cavités dans des ramifications autour de la fissure principale ($\Delta\epsilon_t = 0,6\%$) ; c) image en électrons secondaires et d) image en électrons rétrodiffusés des petites cavités à la pointe de la fissure principale ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$).

III.6.3 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène

La Figure III.26 montre la fractographie d'un échantillon rompu par fatigue à $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène qui appartient au lot 2 défini à la section III.3.3. Les caractéristiques des faciès de rupture sont quasi identiques à celles décrites pour les essais dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène (planes, perpendiculaire à l'axe de sollicitation et un seul site d'amorçage). De même, des stries de fatigue sont visibles à l'œil nu et une rupture fragile de type transgranulaire entre les stries de fatigue peut être

imagée au MEB (Figure III.26 b). Peu de différences marquantes ont pu être mises en évidence entre les lots 1 et 2.

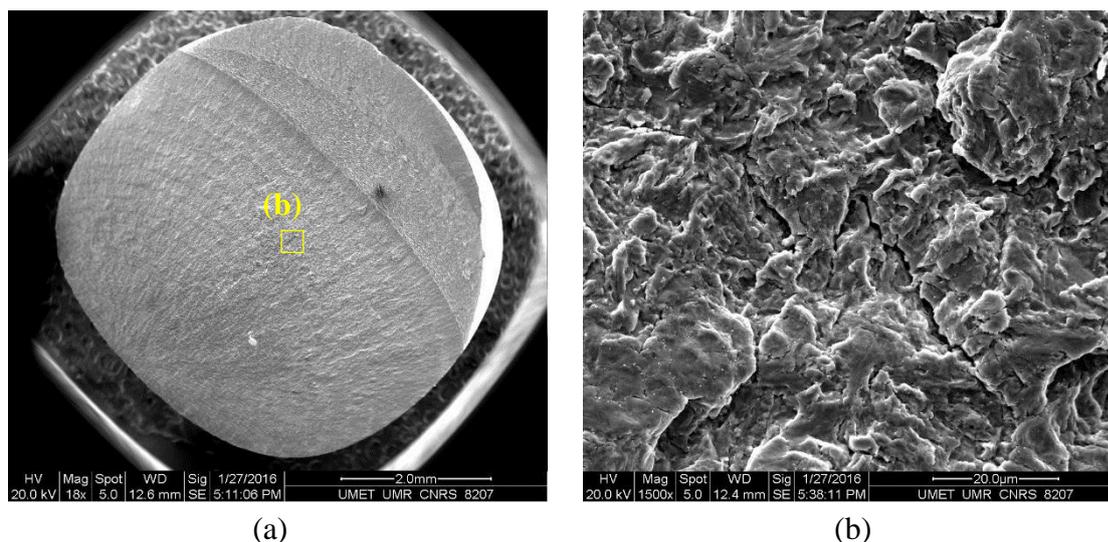


Figure III.26 : a) Faciès de rupture de l'acier T91 testé dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$) – éprouvette du lot 2; b) rupture fragile transgranulaire entre deux stries de fatigue de la zone (b).

Les caractéristiques des coupes longitudinales des échantillons fatigués dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène (issues du lot 2) sont présentées Figure III.27. Comme pour les échantillons cyclés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, la fissure principale est quasi rectiligne et perpendiculaire à l'axe de sollicitation (Figure III.27.a). Néanmoins, en présence de l'eutectique Pb-Bi à bas taux en oxygène, quelques fissures secondaires ont été observées autour du bord de l'échantillon. Celles-ci sont moins nombreuses que celles observées après les essais à l'air mais, pour la variation de déformation la plus élevée, leur taille est importante. Par exemple, dans un échantillon testé à $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, trois fissures secondaires ont été observées : une dont la taille était de 850 μm (Figure III.27.b) et les autres d'une taille de 70 μm et 100 μm . Pour les niveaux de déformation plus faibles, la taille des fissures secondaires n'excède pas la taille de l'ancien grain austénitique. Cette caractéristique diffère des observations sur les éprouvettes fatiguées dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, où les fissures courtes sont presque inexistantes.

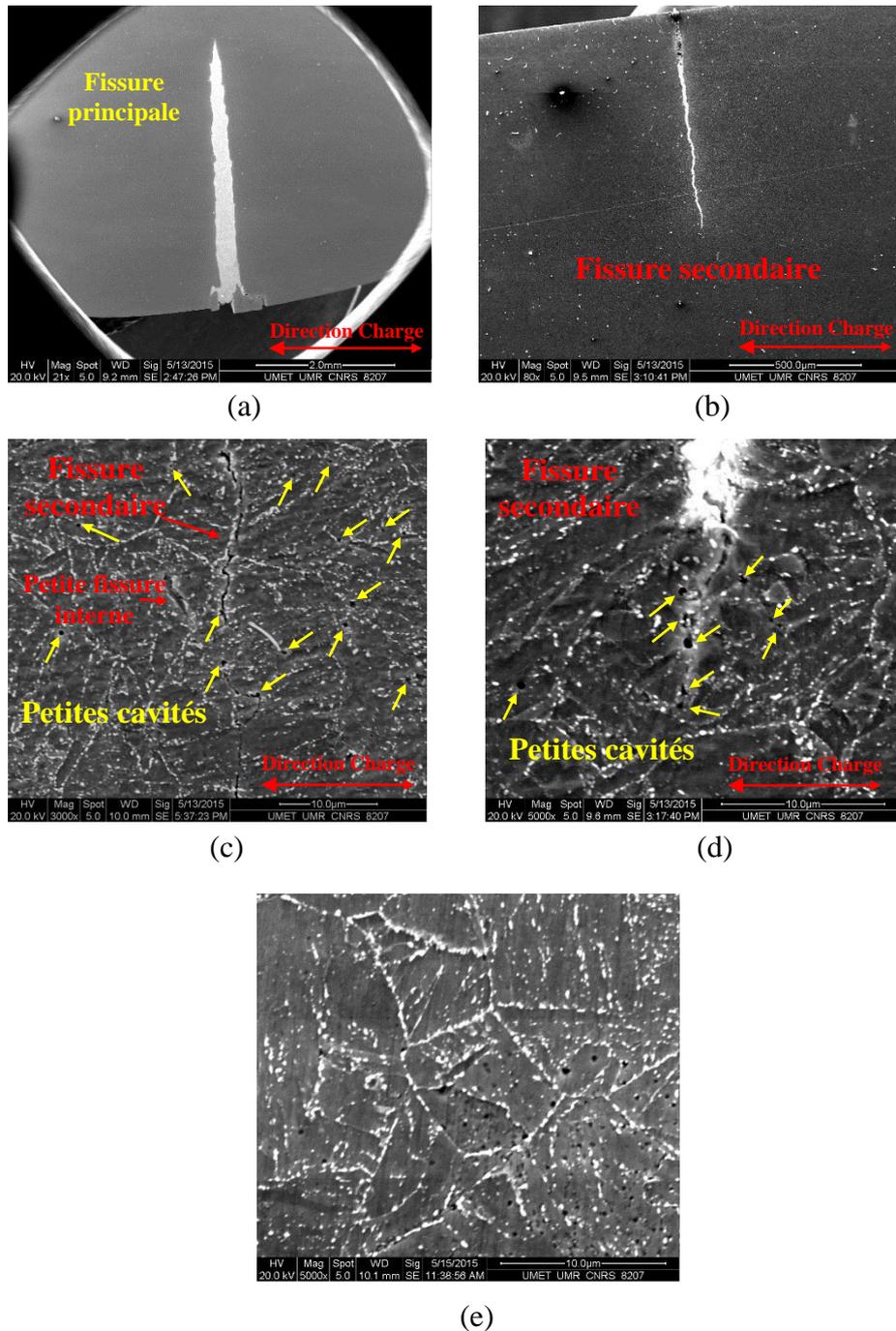


Figure III.27 : Observation MEB des coupes longitudinales de l'acier T91 testé à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$) – éprouvette du lot 2 : a) trajectoire de la fissure principale ; b) fissure secondaire en bord d'échantillon ; c,d) petites cavités et petites fissures internes autour des fissures secondaires ; e) petites cavités et petites fissures internes au bord des échantillons.

Comme pour les essais dans l'eutectique Pb-Bi saturé, des petites cavités et des petites fissures internes situées près du bord des échantillons et près des fissures sont observées dans les éprouvettes fatiguées dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène (Figures III.27.c, d, e). Les petites cavités semblent aussi guider les fissures.

III.6.4 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à la vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Les observations au MEB des faciès de rupture des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à la vitesse de déformation $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ présentent un seul site d'amorçage et les stries de fatigue sont très facilement visibles à l'œil nu (Figure III.28 a). Une rupture fragile transgranulaire est observée par MEB (Figure III.28 b).

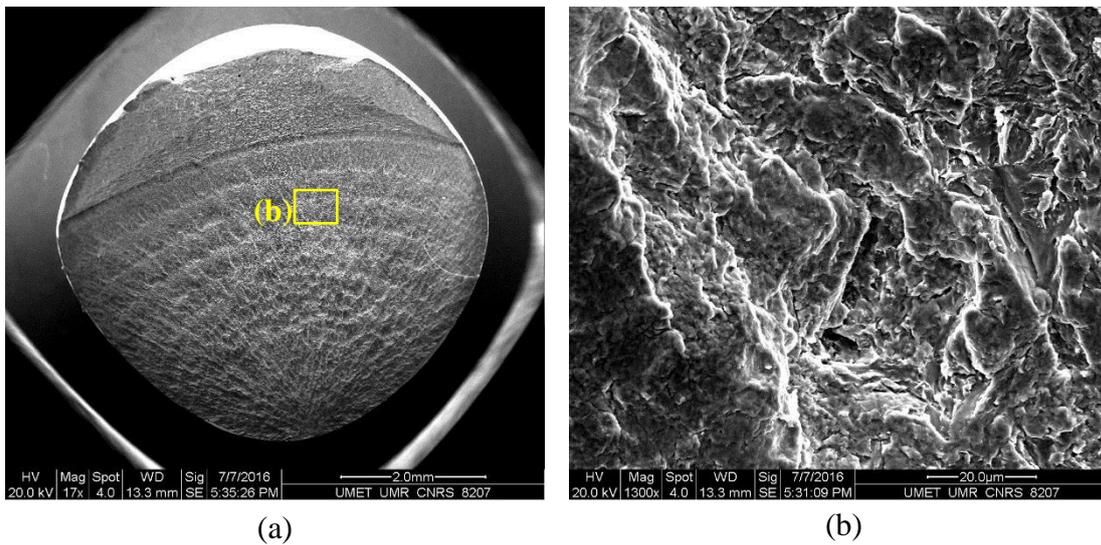


Figure III.28 : Echantillon d'acier T91 testé à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\Delta \epsilon_t = 1,2\%$) : a) faciès de rupture ; b) rupture fragile transgranulaire entre deux stries dans la zone (b).

Les caractéristiques sont similaires aux observations des éprouvettes rompues dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et bas taux en oxygène à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Néanmoins, deux différences importantes semblent se dégager par rapport à la distance inter-stries.

Tout d'abord, sur les faciès de rupture des échantillons rompus à faible vitesse de déformation ($4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), la distance inter-stries, mesurée à une même distance du site d'amorçage de la fissure principale, est quasi constante pour tous les niveaux de déformation totale étudiés. Pour les essais à la vitesse de déformation de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, cette distance augmentait avec l'augmentation de la variation de la déformation totale.

Deuxièmement, à variation de déformation comparable, la distance inter-strie mesurée sur les faciès de rupture des éprouvettes cyclées à faible vitesse de déformation est beaucoup plus grande que celle résultant des essais à vitesse de déformation plus élevée.

Par exemple, à $\Delta \epsilon_t = 1,2\%$, à 3,2mm du site d'amorçage de la fissure principale, la distance inter-stries mesurée dans un échantillon rompu :

- dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ est de 0,40mm,
- dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est de 0,20mm,
- dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est de 0,24mm.

Localement, la vitesse de propagation de la fissure longue est doublée par la diminution de la vitesse de déformation.

L'observation des coupes longitudinales montre un processus de fissuration très similaire à celui observé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à la vitesse de déformation $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Seule la fissure principale est visible tandis que les fissures secondaires près du bord de l'échantillon sont presque inexistantes (Figure III.29 a). La trajectoire de la fissure principale au début est quasi rectiligne, mais lors de sa propagation en volume tend à dévier. Autour d'elle, des petites ramifications, des petites cavités et des petites fissures internes ont été observées (Figure III.29 b).

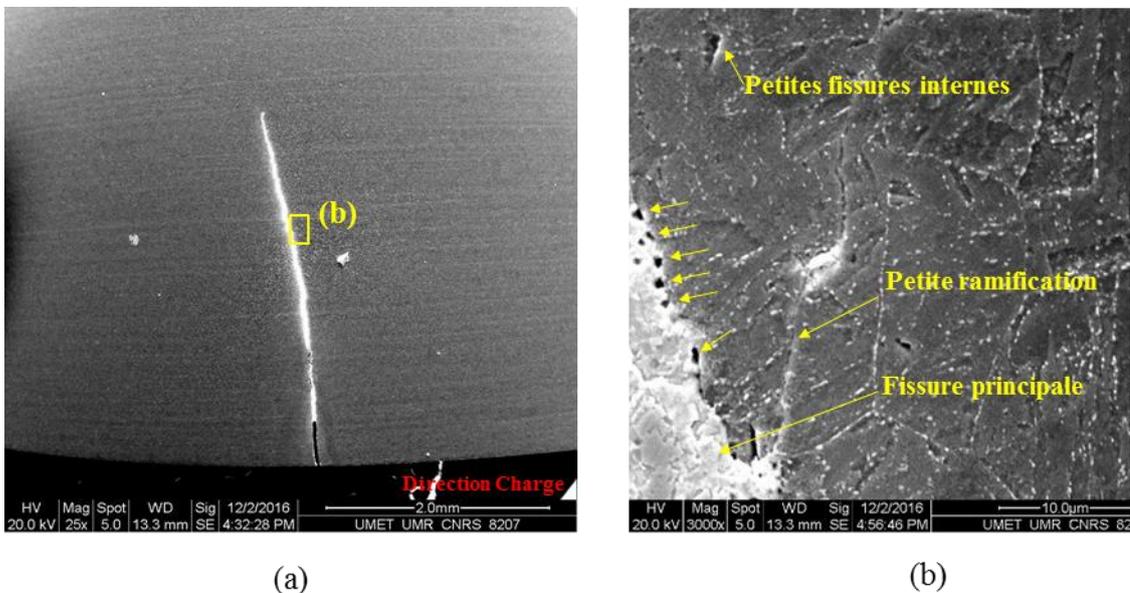


Figure III.29 : Observation MEB des coupes longitudinales de l'acier T91 testé à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ($\Delta \epsilon_t = 0,6\%$) : a) trajectoire de la fissure principale ; b) petites ramifications, petites cavités et petites fissures internes autour de la fissure principale.

III.6.5 Observations des échantillons rompus dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal de pilotage trapézoïdal

Les faciès de rupture montrent que le temps de maintien augmente le nombre de sites d'amorçage des fissures (Figure III.30 a). Cependant, la distance inter-stries est similaire

à celle observée pour les échantillons testés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal triangulaire, ce qui suggère que le temps de maintien n'a pas un effet important sur la propagation des fissures macroscopiques.

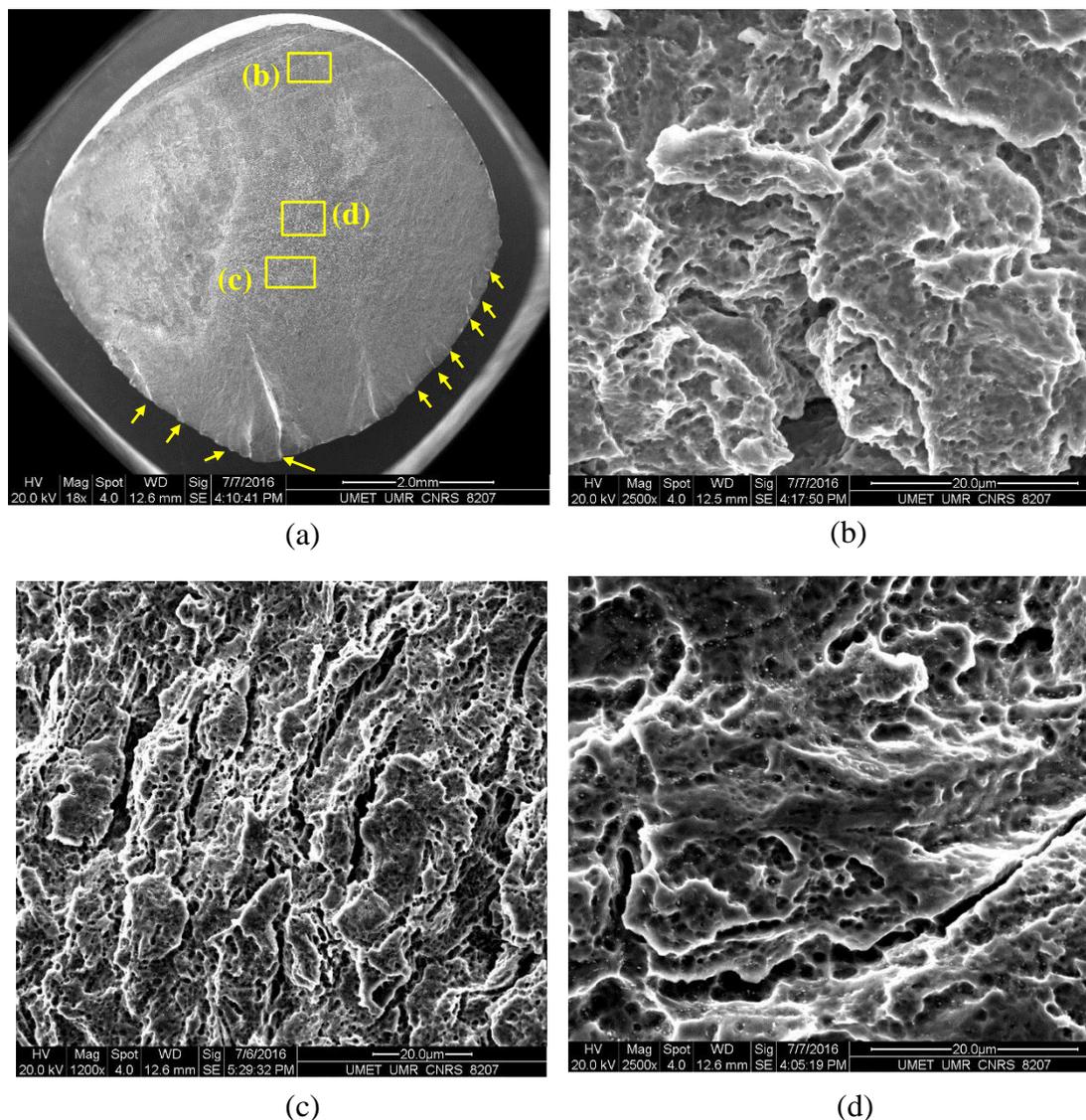


Figure III.30 : Eprouvette d'acier T91 testée dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un temps de maintien de 600 secondes, à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$) : a) faciès de rupture ; b, c, d) rupture fragile transgranulaire entre deux stries de fatigue.

Le mode de fissuration des échantillons testés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un temps de maintien, est très différent de ce qui a été observé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène avec un signal triangulaire (Figures III.30 et III.31). Sur les coupes longitudinales, on observe plusieurs fissures courtes secondaires dont la taille et la quantité augmentent avec l'augmentation de la variation de déformation totale (Figure III.31 b). Les petites cavités et les petites fissures internes sont plus nombreuses par comparaison avec ce qui a été observé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène pour un signal triangulaire (Figure III.31 c et d).

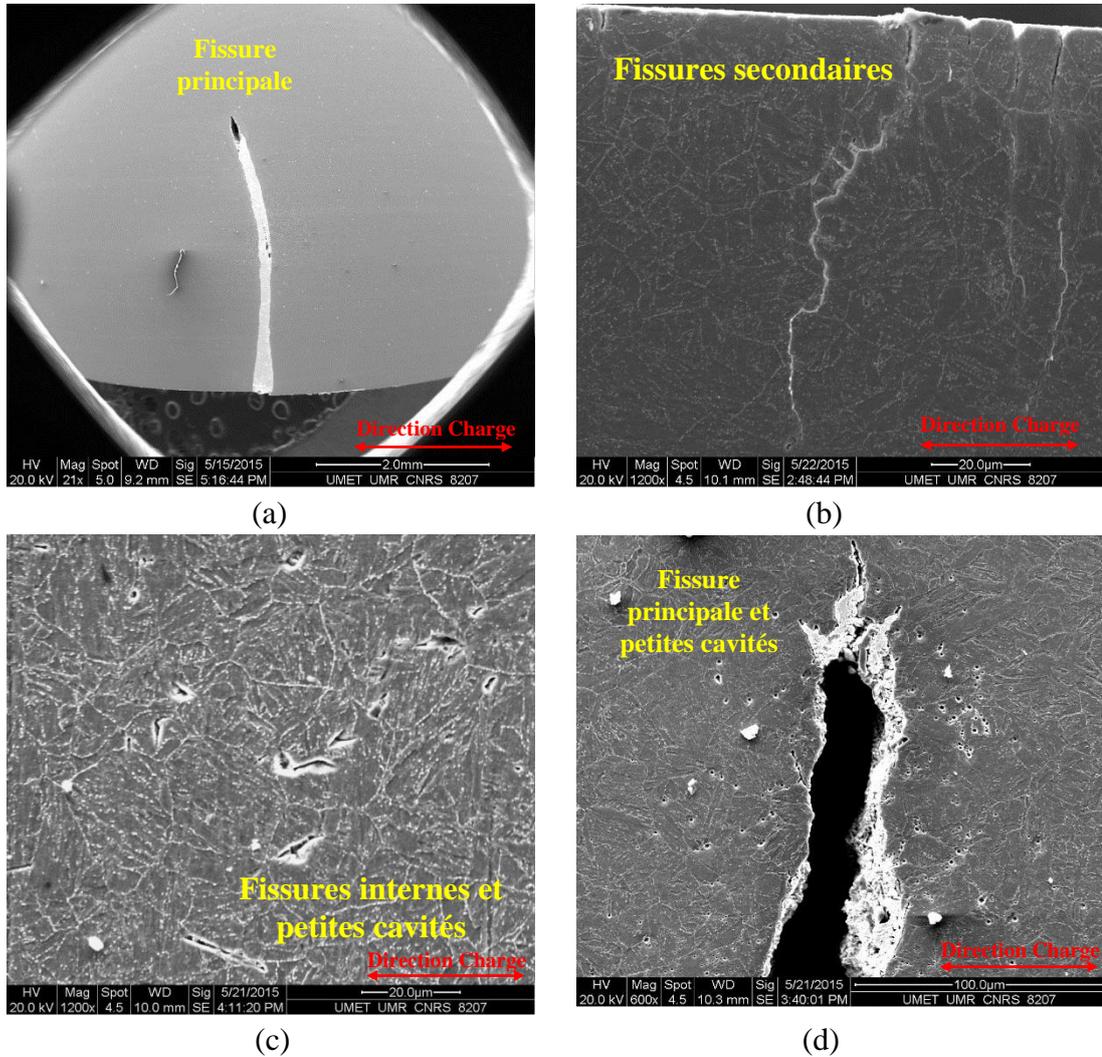


Figure III.31 : Observation MEB des coupes longitudinales de l'acier T91 testé à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène avec un signal trapézoïdal ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$) : a) trajectoire de la fissure principale ; b) fissure secondaire au bord de l'échantillon ; c) petites cavités et petites fissures internes au bord de l'échantillon ; d) petites cavités à la pointe de la fissure principale.

III.7 Conclusion du chapitre III

Le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier T91 à 350°C, pour différentes variations de déformation totale, a été évalué à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi en prenant en compte l'influence de la température, de la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, de la vitesse de déformation et de la présence d'un maintien en traction.

Sur la base des résultats expérimentaux, les principales conclusions sont les suivantes.

1. Indépendamment du milieu et des conditions expérimentales évaluées, l'adoucissement cyclique est le comportement prédominant de l'acier T91.
2. La présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et à bas taux en oxygène provoque une diminution de la durée de vie en fatigue oligocyclique par rapport à l'air. Cette diminution est plus importante pour les variations de déformation totale les plus élevées.
3. Lorsque la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide varie entre 10^{-7} – 10^{-9} % massique, deux lots de résultats ont été mis en évidence : l'un pour lequel la réduction de la résistance à la fatigue est plus importante que ce qui est observé en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, l'autre pour lequel la teneur en oxygène dissous n'a pas d'influence sur la résistance à la fatigue.
4. La réduction de la durée de vie dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, à vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, est plus importante que celle observée dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour les variations de déformation élevées. Cette réduction est négligeable pour les variations de déformation totale les plus faibles.
5. L'introduction d'un temps de maintien de 600 secondes en traction lors d'essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène diminue la durée de vie en fatigue oligocyclique par rapport à la condition saturée en oxygène avec un signal triangulaire. Cette diminution est plus importante pour les niveaux de déformation les plus faibles.
6. La présence de l'eutectique Pb-Bi saturé ou non en oxygène permet la propagation en volume d'une fissure courte sans qu'il y ait propagation et coalescence de fissures courtes surfaciques.
7. L'observation des faciès de rupture montre que l'eutectique Pb-Bi modifie le mécanisme de propagation de la fissure longue. En présence de métal liquide, la fissure avance par rupture fragile de manière cyclique en marquant une strie lors de l'inversion du signal de déformation appliquée aux éprouvettes. La distance inter-stries la plus importante a été observée dans la condition saturée en oxygène à $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ de vitesse de déformation.
8. La modification du mode de rupture conduit à des vitesses de propagation plus élevées dans l'eutectique Pb-Bi.
9. L'augmentation de la température d'essai, de 300°C à 350°C , conduit à une diminution de la durée de vie en fatigue oligocyclique en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. Toutefois, aucun effet sur les valeurs de contrainte n'est perçu.
10. Suivant la provenance de l'alliage et avec de très légères différences dans le traitement thermique, des modifications dans le comportement en fatigue sont observées. La

variation du traitement thermique semble avoir plus d'influence que les écarts dans la composition chimique.

CHAPITRE IV : ANALYSE DES RESULTATS ET DISCUSSION

L'influence de la présence de l'eutectique Pb-Bi sur la résistance à la fatigue de l'acier T91, pour chaque condition expérimentale évaluée, a été décrite au chapitre III. Afin de déterminer la condition la plus défavorable en termes de durée de vie, sont comparées les courbes de résistance à la fatigue de l'acier T91 pour toutes les conditions expérimentales (Figure IV.1).

Globalement la Figure IV.1 indique que les résultats peuvent être classés selon deux groupes : l'un relatif aux essais en présence de métal liquide et l'autre relatif aux essais à l'air. Toutes les durées de vie mesurées en présence de l'eutectique Pb-Bi sont systématiquement plus faibles que celles mesurées à l'air. Concernant les essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, aux plus fortes amplitudes de déformation, une vitesse lente et, dans une moindre mesure, un maintien en traction sont des facteurs aggravant en terme de réduction de durée de vie. A faible amplitude, c'est un temps de maintien en traction qui entraîne une diminution de la durée de vie. Une teneur basse en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi (entre 10^{-7} et 10^{-9} % massique) n'est pas un facteur aggravants pour les amplitudes de déformation les plus importantes. Par contre, son effet peut devenir très important à faible amplitude de déformation (effet plus important que celui de la vitesse basse ou du maintien en traction).

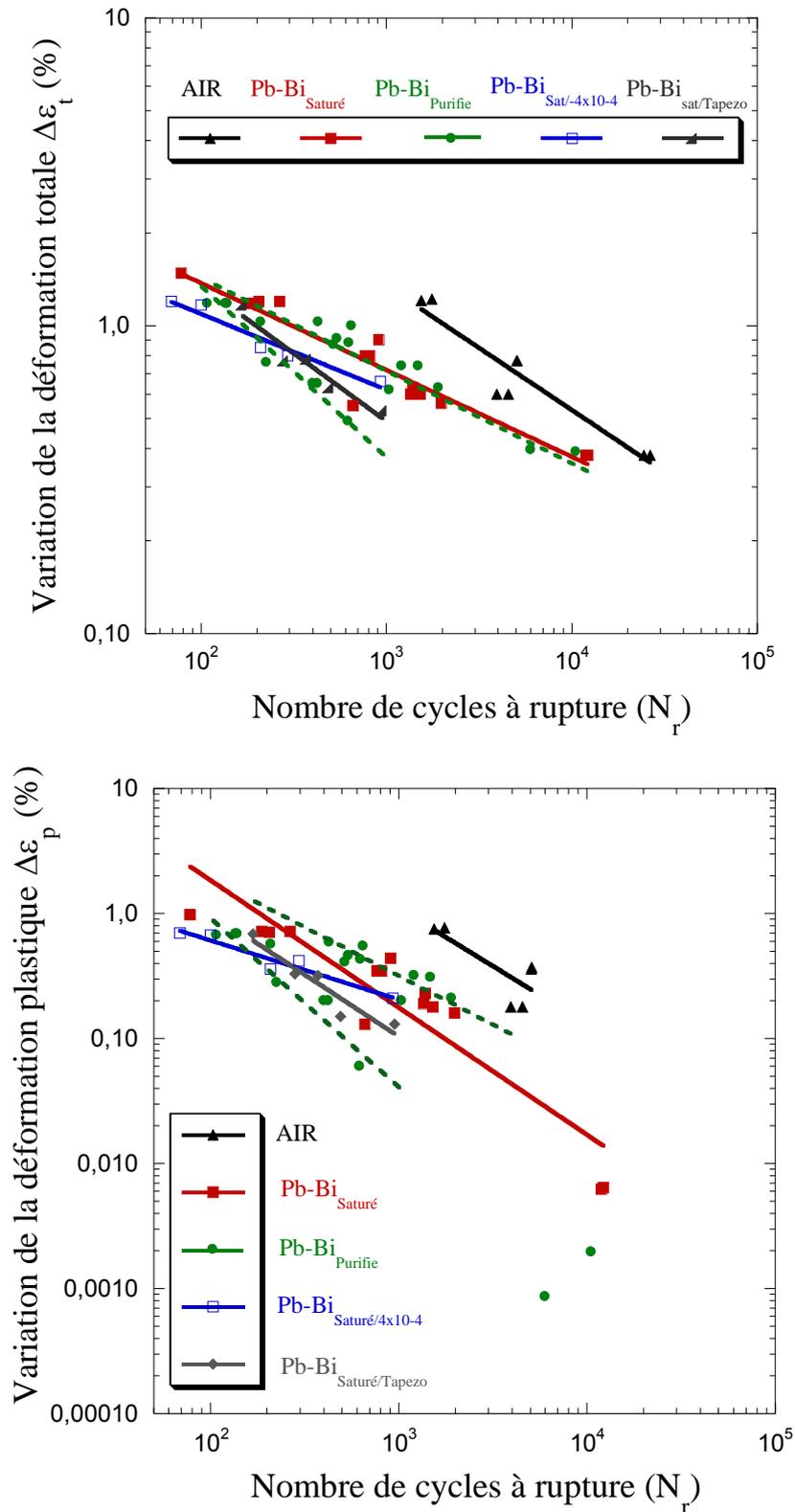


Figure IV.1 : Résistance à la fatigue de l'acier T91 pour toutes les conditions expérimentales (en fonction de la variation de déformation totale et en fonction de la variation de déformation plastique).

Le présent chapitre est dédié à expliquer l'influence de ces différents paramètres sur le comportement de l'acier T91.

IV.1 Influence de l'eutectique Pb-Bi sur le comportement des fissures longues de l'acier T91 à 350°C

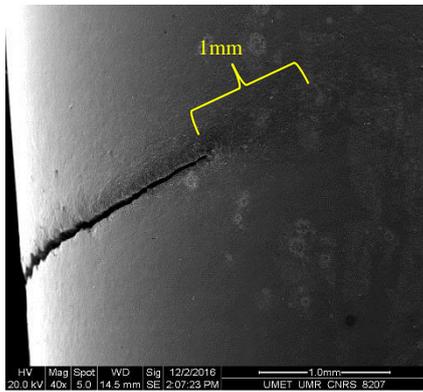
La durée de vie mesurée en fatigue oligocyclique caractérise la résistance à l'amorçage d'une fissure longue dont la formation provient de la germination et de la croissance des fissures courtes. Dans le chapitre III, nous avons observé que la présence de l'eutectique Pb-Bi a une influence non seulement sur la phase d'amorçage et croissance des fissures courtes, mais aussi sur la phase de propagation de la fissure en volume. Dans la phase de propagation des fissures microscopiques, la présence de l'eutectique Pb-Bi (saturé et bas taux en oxygène) augmente la vitesse de propagation par rapport à la condition à l'air. Pour toutes les variations de déformation étudiées, une vitesse de déformation lente entraîne la vitesse de propagation la plus importante. Le mode de rupture est aussi modifié par la présence du métal liquide. A l'air, l'acier T91 montre clairement un mode de rupture par fatigue à stries ductiles, alors que dans l'eutectique Pb-Bi (saturé et à bas taux d'oxygène) le mode de rupture par fatigue revêt un caractère fragile.

Cependant, nous allons porter notre attention sur la fissure longue. La raison pour laquelle nous focalisons notre attention sur la fissure longue et non pas la fissure courte est liée à la difficulté d'isoler une fissure courte lors d'essais en eutectique Pb-Bi.

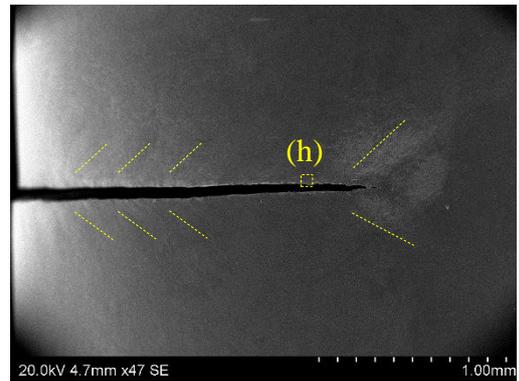
IV.1.1 Observation de la fissuration et de la déformation plastique au niveau des fûts des éprouvettes.

Afin de mieux comprendre l'influence de l'eutectique Pb-Bi lors de la propagation en volume des fissures, nous avons observé les fûts des éprouvettes, notamment la fissure principale et la zone plastique autour des lèvres de la fissure.

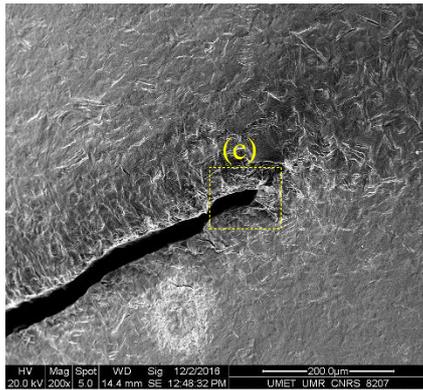
A l'air, la plasticité est observée comme une zone rugueuse autour de la fissure principale (Figures IV.2.a et b). L'aspect rugueux de cette zone s'atténue au fur et à mesure qu'on s'éloigne de la fissure, mais à 1 mm de la pointe de la fissure, la déformation plastique est encore visible. Pour l'échantillon testé dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène (Figure IV.2.e), la déformation plastique peut être observée autour des lèvres de la fissure et au niveau de la pointe de la fissure principale à partir de bandes qui se forment à 45° par rapport à l'axe de sollicitation.



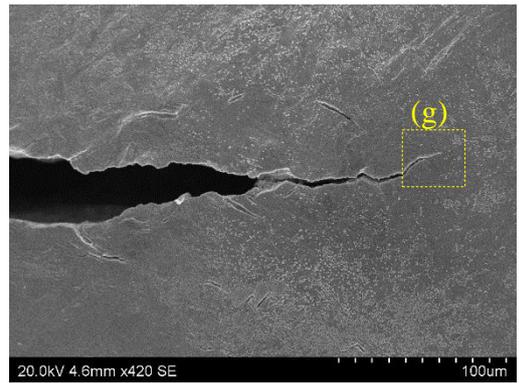
(a)



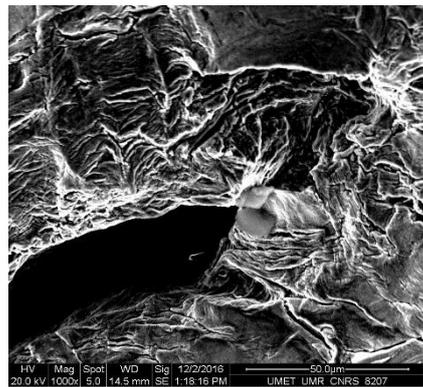
(e)



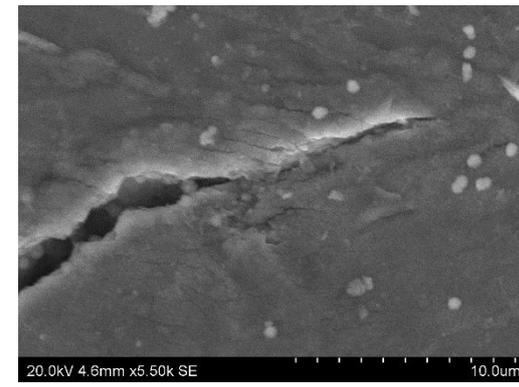
(b)



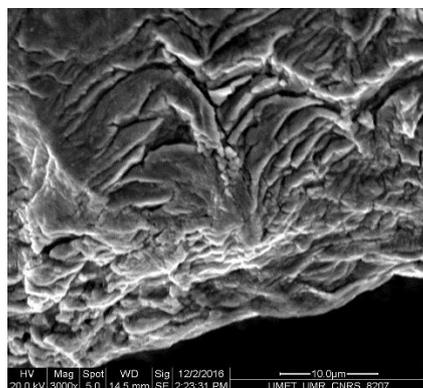
(f)



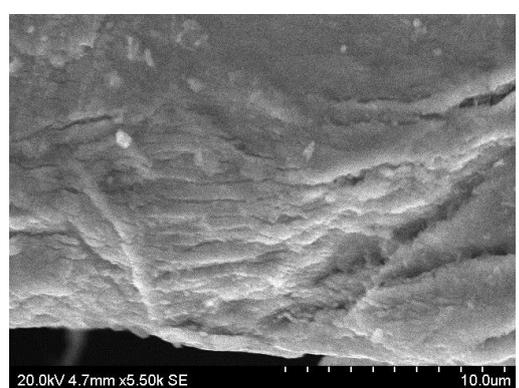
(c)



(g)



(d)



(h)

Figure IV.2 : Fûts des éprouvettes testées à 350°C et à $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$. a), b), c) et d) à l'air ; e), f), g) et h) dans l'eutectique Pb-Bi bas taux en oxygène.

Les Figures IV.2. b, c et d montrent la « trace » de la zone plastique après passage de la fissure au cours d'un essai réalisé à l'air. Cette trace apparaît de manière continue le long de la fissure principale. Par contre, dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux d'oxygène, la déformation plastique se manifeste de manière localisée au niveau de différentes zones le long des lèvres de la fissure et est moins marquée qu'à l'air (Figures IV.2 f, g et h). La forme de la pointe de la fissure principale est aussi très différente dans les deux milieux. Elle est pointue dans l'eutectique Pb-Bi et arrondie à l'air (Figure IV.2.c et g). Les résultats obtenus en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sont similaires à ceux commentés en eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène.

Pour donner une interprétation de ces observations et phénomènes, des analyses au MEB-EBSD (Electron BackScatter Diffraction) ont été effectuées.

IV.1.2 Analyses EBSD : présentation de la technique, de la procédure de préparation des échantillons et des analyses effectuées.

L'EBSD : la technique

La diffraction des électrons rétrodiffusés (ou EBSD) est une technique implantée dans un microscope électronique à balayage (MEB) qui permet l'analyse de l'orientation cristallographique locale des matériaux polycristallins. Elle est basée sur l'indexation des clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés émis à la surface d'un échantillon (Figure IV.3). Dans notre étude, nous avons utilisé un MEB à filament de tungstène FEI Quanta 400 équipé d'un système EBSD HKL / Oxford Instrument et le post traitement des données s'effectue à l'aide des logiciels HKL Channel 5[®] et TSL OIM 5. Pour les analyses EBSD nécessitant un pas d'acquisition fin, un MEB-FEG JEOL JSM-7800F a été employé.

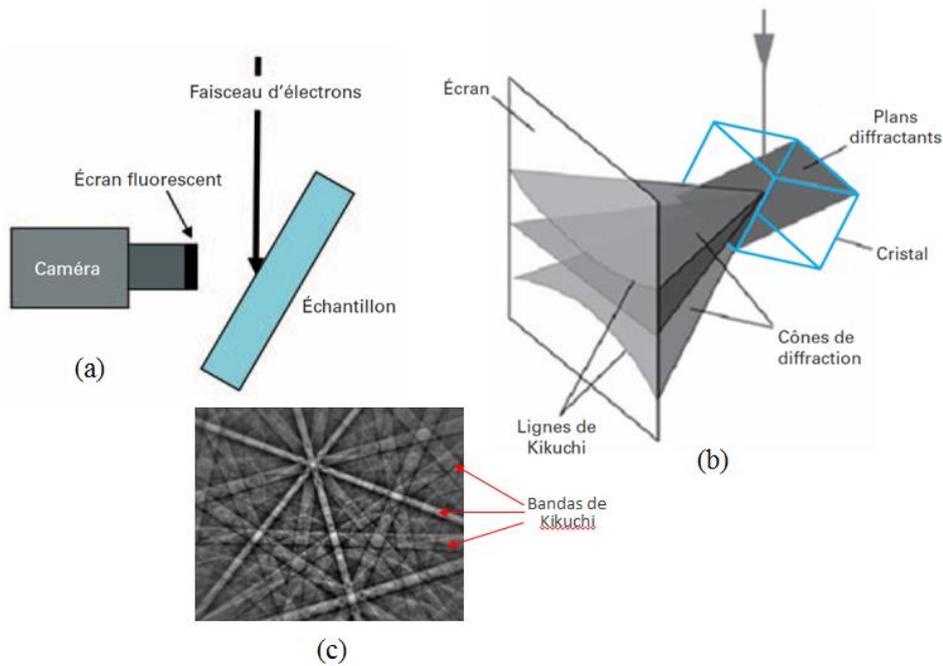


Figure IV.3 : a) Schéma des principaux éléments d'un système EBSD ; b) principe de formation des lignes de Kikuchi [BAUDIN-2010] ; c) bandes de Kikuchi.

Les électrons incidents envoyés sur l'échantillon tilté sont pour certains rétrodiffusés du fait de l'interaction électron-matière. Un certain nombre d'entre eux satisfont les conditions de Bragg, avec les différents plans cristallins de l'échantillon. Ces électrons, diffractés par une famille de plans donnée, forment deux cônes de diffraction avec l'écran détecteur (Figure IV.3.b), ce qui permet d'obtenir deux lignes de Kikuchi caractéristiques de cette famille de plans et qui délimitent une bande (Figure IV.3.c). On obtient alors un cliché de diffraction, dont les bandes sont indexées par référence à des structures existantes. Cela permet de déterminer la structure cristallographique et l'orientation au point analysé. Dans la méthode EBSD utilisée, l'orientation cristallographique est donnée par les angles d'Euler décrits à la Figure IV.4, à savoir $(\varphi_1 ; \phi ; \varphi_2)$. Pour mesurer l'orientation de chaque cristal de l'échantillon, deux repères sont nécessaires : l'un associé à l'échantillon et un autre associé au cristal. On peut passer d'un repère à l'autre par rotation. Le premier se fait autour de l'axe z (φ_1), puis autour de l'axe x' (ϕ) et enfin autour de l'axe z'' (φ_2).

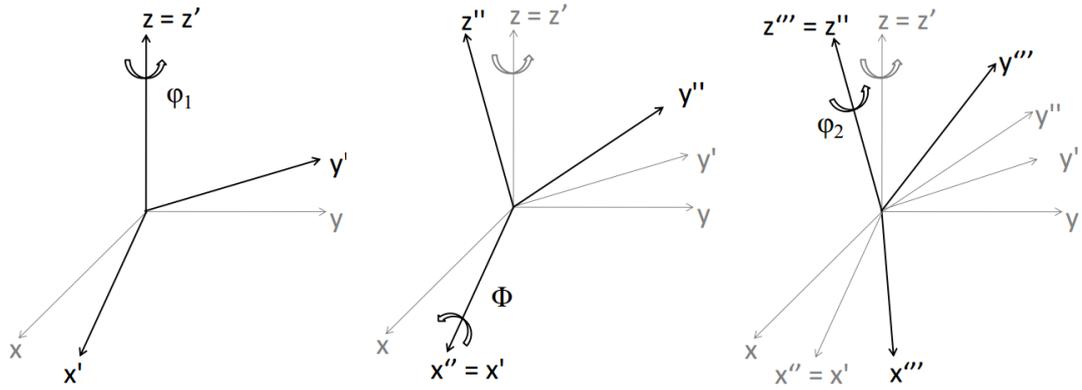


Figure IV.4 : Angles d'Euler.

Pour chaque point analysé, en plus de la structure (cliché de diffraction) et l'orientation (angles d'Euler) cristallographique, la qualité de l'indexation est donnée à partir de l'indice de qualité d'image, et finalement un balayage de la zone étudiée de l'échantillon permet d'obtenir une cartographie IPF (Inverse Pole Figure).

La qualité de l'image

La qualité de l'indexation du cliché de diffraction est affectée par la présence des dislocations. Celles-ci causent une distorsion ou une rotation du réseau cristallographique entraînant une désorientation du cristal par rapport à un réseau parfait. En fait, la déformation plastique et l'arrangement de dislocations associées conduisent à deux types de perturbation visibles sur les clichés de diffraction (Figure IV.5) :

- SSD (Statistically Stored Dislocations) : l'ensemble des dislocations donne un vecteur de Burgers globalement nul, ce qui se traduit par une diminution de la qualité du cliché de diffraction ; ces dislocations conduisent à une faible désorientation point à point qui va jusqu'à 5°,
- GND (Geometrically Necessary Dislocations) : l'ensemble des dislocations aboutissent à un vecteur Burgers et il y a une désorientation cristallographique ; l'accumulation de ces dislocations peut mener à la formation d'un sous joint de grain dont la désorientation va jusqu'à 15° (LAGB : Low Angle Grain Boundary) ; dans ce cas le cliché de diffraction est la superposition des clichés des deux grains ; cela se traduit par un décalage des lignes de Kikuchi ; la Figure IV.6 montre l'influence des variations de réseau sur les clichés de diffractions.

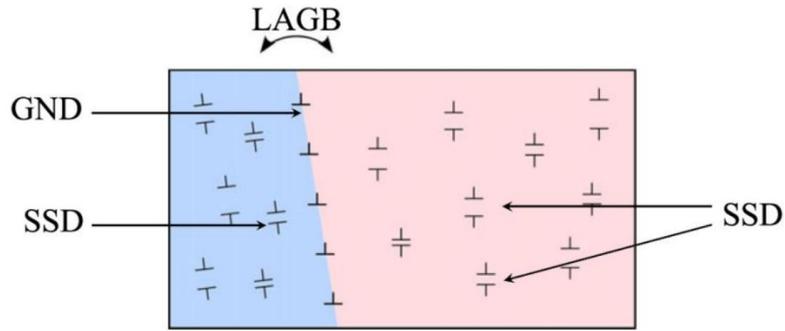


Figure IV.5 : Représentation schématique des Statistically Stored Dislocations (SSD) et Geometrically Necessary Dislocations (GND) [WRIGHT-2011].

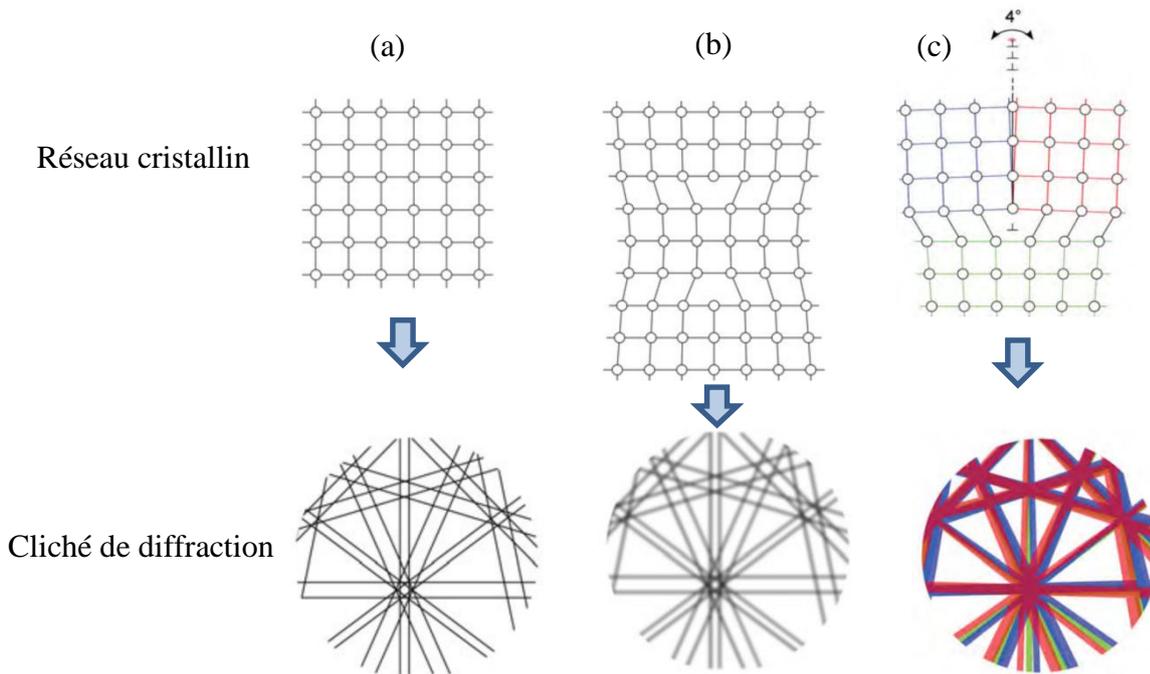


Figure IV.6 : Représentation schématique de l'influence des variations de réseau sur les clichés de diffractions [WRIGHT-2011].

Cartographie en figure de pôles inverses

Une figure de pôles inverses est la projection stéréographique de la sphère d'Ewald sur le plan correspondant à la direction de référence de l'échantillon. Elle montre la position d'une direction de l'échantillon dans le repère du cristal. Cette projection peut être représentée par un triangle standard défini par un code de couleurs, lequel est utilisé pour tracer les cartographies d'orientations mesurées par EBSD (Figure IV.7). Dans cette cartographie, les joints de grain apparaissent en noir, et l'échelle de couleurs représente les différents niveaux de désorientation par rapport à l'axe de sollicitation. La

cartographie en figure de pôles inverses appelée « IPF map » donne l'information de l'orientation des grains par rapport à une direction de référence de l'échantillon.

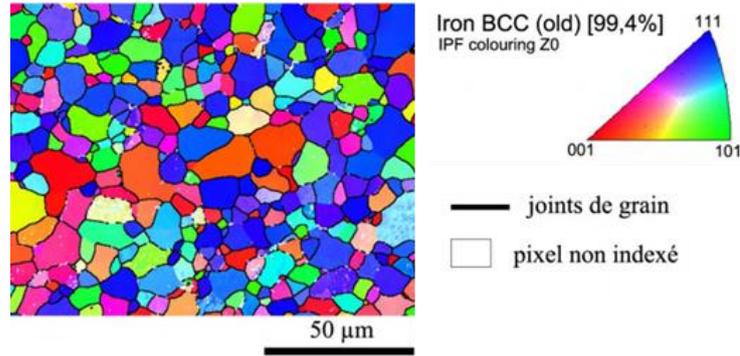
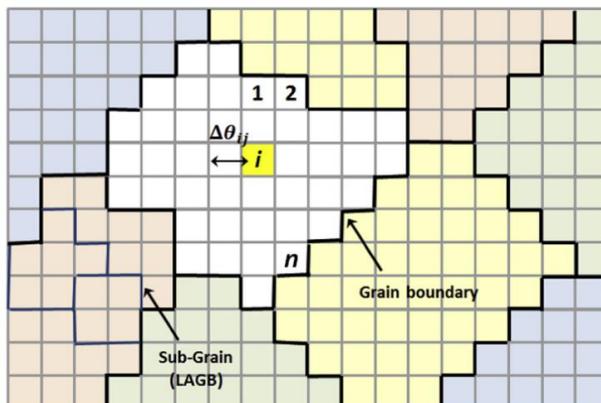


Figure IV.7: Cartographie en figure de pôles inverse d'un acier ferritique [LEAUX-2012].

Dans notre étude, nous avons défini comme joint de grain les désorientations supérieures à 10°, et comme direction de référence l'axe de sollicitation mécanique appliqué à l'éprouvette lors des essais de fatigue.

Critère de désorientation locale KAM (Kernel Average Misorientation)

Le critère de désorientation locale KAM est une méthode qui permet d'évaluer la plasticité locale à partir de la variation de la densité des désorientations. Il est capable de représenter les évolutions de la microstructure à l'intérieur des grains. Dans une cartographie EBSD, chaque point représente un pixel et le critère KAM représente la moyenne des désorientations entre chaque pixel et ses pixels voisins (Figure IV.8). La valeur de la désorientation locale assignée à un pixel est la désorientation moyenne globale définie par l'équation ci-dessous.



$$KAM_{Pi} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \Delta\theta_{ij}, \quad \Delta\theta_{ij} < 5^\circ$$

Figure IV.8 : Schéma de la mesure EBSD des désorientations à l'intérieur d'un grain composé de pixels sur une grille carrée [BOUQUEREL-2015].

Les mesures effectuées par le critère KAM concernent des désorientations faibles ($<3^\circ$). Cela signifie que si le pixel évalué est proche d'un joint de grain ($>10^\circ$), les pixels voisins fortement désorientés ne sont pas pris en compte dans le calcul. Dans notre étude, les désorientations ont été mesurées avec les rangées des troisièmes voisins les plus proches. La figure IV.9 montre un exemple de cartographie KAM obtenue sur un acier ferritique à 3%Si après fatigue. Dans l'échelle de couleur, chaque couleur correspond à un niveau différent de désorientation, le bleu représentant un état non déformé, tandis que le rouge est le niveau le plus haut.

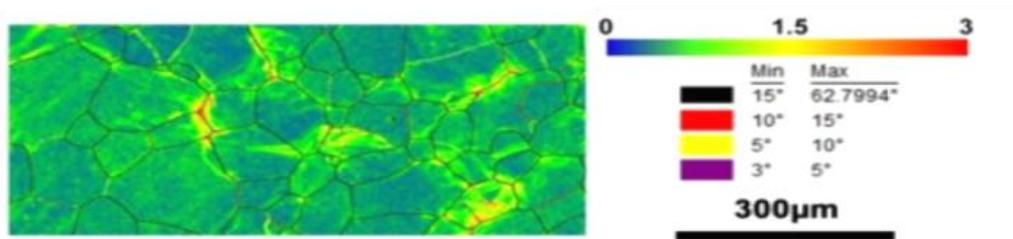


Figure IV.9 : Cartographie KAM d'un acier Fe3Si [SCHAYES-2016].

Critère de désorientation GROD (Grain Reference Orientation).

Le critère de désorientation GROD consiste à mesurer la désorientation entre chaque pixel et un point de référence particulier choisi dans le grain. Le point de référence peut être la désorientation moyenne du grain ou le point du grain où le KAM est le plus bas. Le GROD est défini par l'équation (Eq.IV.1) :

$$GROD_i = W_{ik} \quad (\text{Eq.IV.1})$$

où est W_{ik} l'angle de déviation entre un pixel et le point de référence du grain.

La Figure IV.10 présente la cartographie du critère GROD de l'acier Fe3%Si. L'échelle de couleur est identique à celle des cartographies du critère KAM.

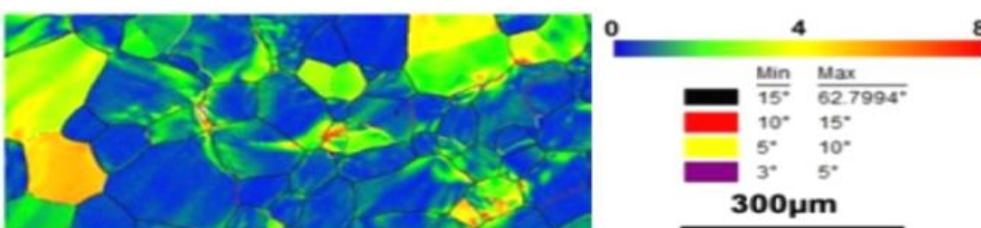


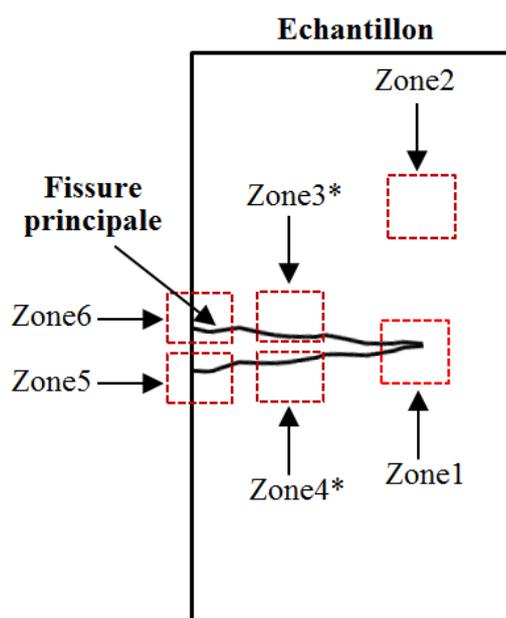
Figure IV.10 : Cartographie GROD d'un acier Fe3Si [SCHAYES-2016].

Préparation des échantillons

La technique EBSD analyse les électrons rétrodiffusés émis par une couche en-dessous de la surface de l'échantillon d'une profondeur de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Cette condition exige une préparation très rigoureuse de la surface de l'échantillon afin de garantir la qualité des clichés de diffraction. Dans notre cas, les échantillons ont été soumis à un polissage mécanique à l'aide de papiers abrasifs de carbure de silicium de granulométries comprises entre 800 et 2000, puis à la pâte diamantée de granulométrie 3μ , et $1/4\mu$ et finalement à la suspension colloïdale de silice.

Zones analysées et méthodologie

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé la technique EBSD pour faire une analyse qualitative de la plasticité autour des lèvres et au niveau de la pointe de la fissure principale, à partir des désorientations cristallographiques mesurées pour les échantillons rompus par fatigue à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi saturé à 350°C et à $\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$ (vitesse de déformation $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Les essais de fatigue ont été menés jusqu'à la propagation de la fissure principale mais sans rupture complète de l'éprouvette. Des coupes transverses ont été effectuées et préparées suivant le protocole décrit ci-dessus. La Figure IV.11 montre un schéma des zones analysées pour chaque échantillon.



*à 2.5mm de l'amorçage de la fissure principale

Figure IV.11 : Schéma des zones analysées par EBSD.

L'étude EBSD est basée sur l'analyse des désorientations cristallographiques mesurées à partir des cartographies en figure de pôles inverses (IPF), du critère des désorientations locales KAM et du critère de désorientation GROD.

Avant l'étude du matériau déformé, un état de référence a été défini à partir des désorientations mesurées sur un échantillon spécifique d'acier T91 non déformé. Cet état de référence a été comparé aux résultats obtenus au niveau de la zone 2 d'un échantillon testé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène (Figure IV.11). En effet la zone 2 correspond à une zone de l'échantillon éloignée de la fissure principale et pour lequel une déformation correspondant à la déformation moyenne de l'éprouvette doit être observée. Puis, les analyses EBSD ont été effectuées au niveau des lèvres de la fissure et de la pointe de la fissure principale.

La microstructure de l'acier T91

L'acier T91 étant martensitique, il convient de rappeler l'organisation de sa structure complexe qui peut être hiérarchisée comme suit (Figure IV.12) [KITAHARA-2006] :

- les lattes, qui sont des monocristaux allongés contenant une forte densité de dislocations,
- les blocs, constitués de lattes ayant la même orientation cristallographique,
- les paquets qui sont l'ensemble des blocs ayant le même plan d'habitat ($\{111\}$) de l'austénite,
- les anciens grains austénitiques ou grains martensitiques.

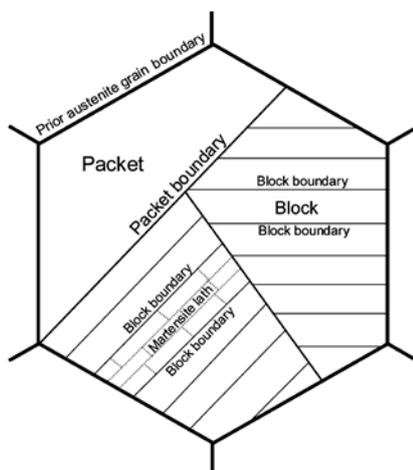


Figure IV.12 : Hiérarchie microstructurale de la structure de la martensite en lattes [KITAHARA-2006].

Un grain martensitique (ancien grain austénitique transformé) peut contenir différents paquets parce que l'austénite possède quatre familles de plans $\{111\}$. Les grains martensitiques sont considérés étant désorientés de plus de 15° alors que la désorientation entre paquets et entre blocs est considérée supérieure à 10° .

Dans la suite de notre travail, nous ne distinguerons pas de manière formelle les grains martensitiques, les paquets et les blocs. Nous nous intéresserons aux désorientations supérieures à 10° pour définir des joints de forte désorientation.

IV.1.3 Résultats des analyses EBSD

IV.1.3.1 L'état de référence

Les images MEB-EBSD en contraste cristallin ont permis d'imager la microstructure aux différentes échelles décrites précédemment (Figure IV.13a).

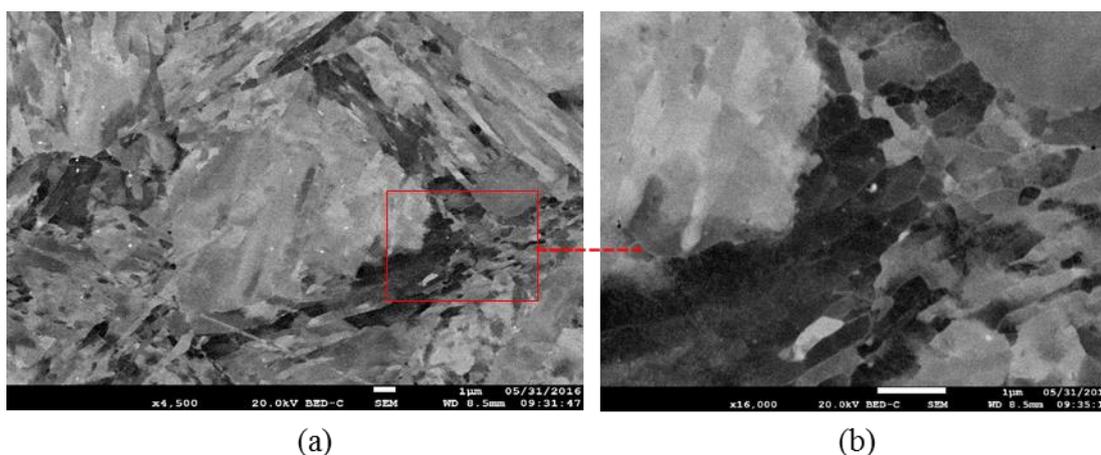


Figure IV.13 : Images MEB-EBSD dans une zone de l'échantillon de l'état de référence non déformé : (a) vue d'ensemble (b) zoom de la zone encadrée

Dans les lattes, il est possible d'observer des cellules de dislocations dont la taille varie entre $0.2 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$. (Figure IV.13b). Ces cellules résultent du traitement thermique subi par le matériau notablement durant la phase de revenu.

Les cartographies obtenues pour l'acier T91 avant fatigue sont présentées Figure IV.14. Les cartographies des critères de désorientation KAM (Figure IV.14.b) et GROD (Figure IV.14.c) montrent que dans l'état de référence de l'acier T91 non déformé, les valeurs de KAM et de GROD sont très faibles (maximum $1,2^\circ$, et 15° respectivement) et sont homogènes.

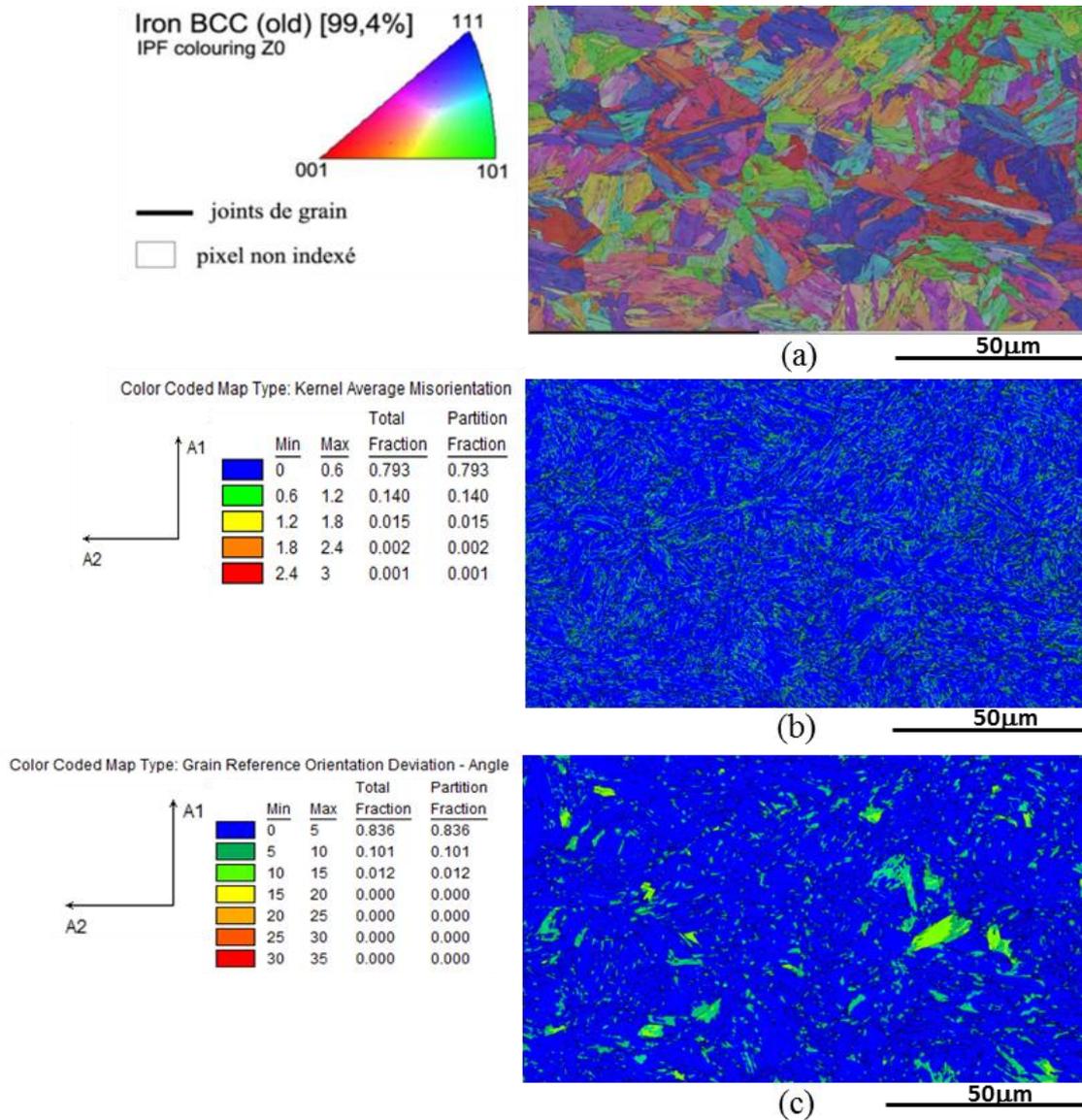


Figure IV.14 : Cartographies EBSD de l'état de référence choisi (acier T91 non sollicité) : a) cartographie IPF ; b) cartographie KAM ; c) cartographie GROD.

Afin d'évaluer l'effet de la déformation cyclique sur l'évolution de la microstructure (désorientation, plasticité ...), nous avons étudié l'état de l'acier après sollicitation dans une zone éloignée de la fissure (zone 2) (Figure IV.15). Ainsi, nous obtenons la représentation de l'évolution moyenne du matériau suite à l'accommodation d'une déformation plastique en volume.

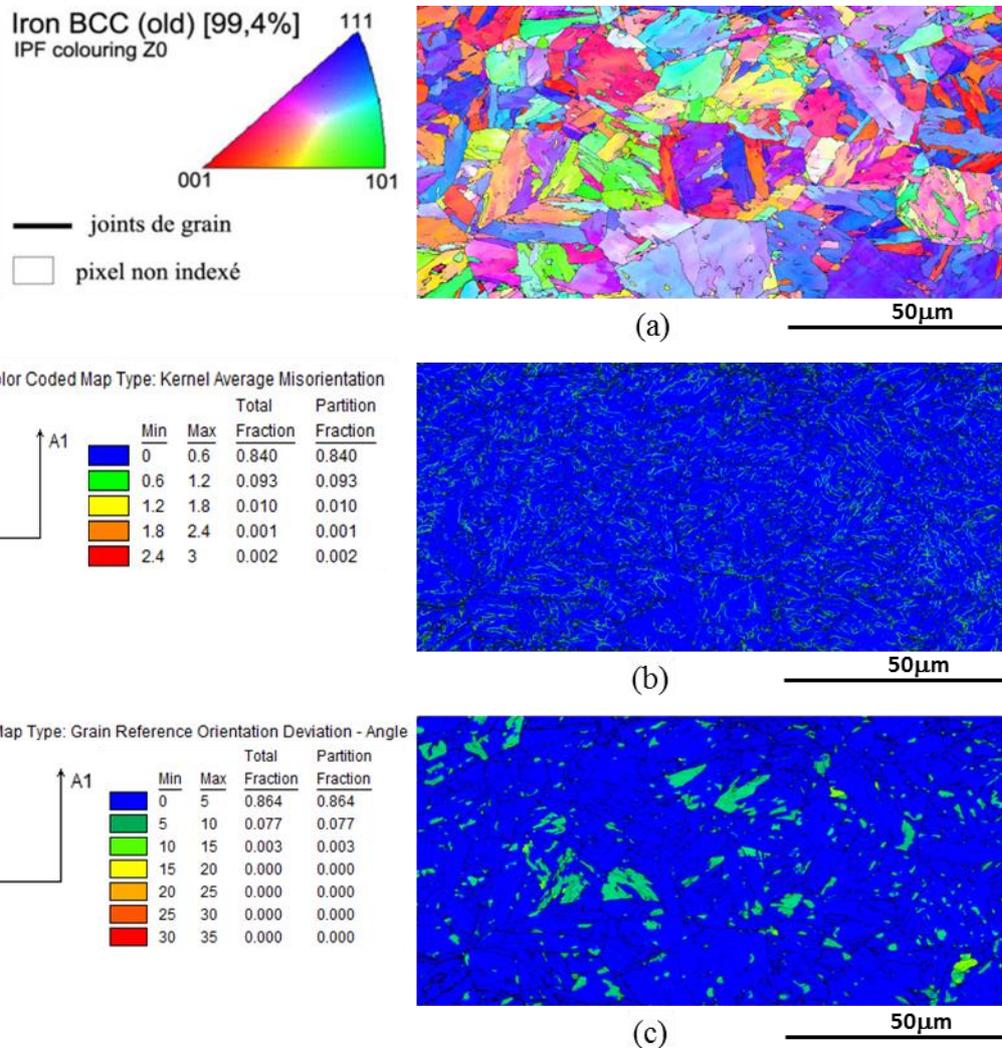


Figure IV.15 : Cartographies EBSD après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour une zone éloignée de la fissure principale : a) cartographie IPF ; b) cartographie KAM ; c) cartographie GROD.

L'imagerie en IPF montrent que les grains ont les mêmes caractéristiques (taille, orientation) avant (Figure IV.14a) et après fatigue (Figure IV.15a). Les cartographies KAM (Figure IV.15.b) et GROD (Figure IV.15.c) montrent que les désorientations mesurées sur une zone éloignée de la fissure principale de l'échantillon sollicité dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sont identiques à celles de l'état de référence de l'échantillon non déformé. Ainsi la déformation cyclique ($\Delta\epsilon_t = 1.2\%$) à 350°C ne conduit pas à des modifications microstructurales évidentes.

IV.1.3.2 Analyse EBSD le long de la fissure longue après essai à l'air à 350°C

Par rapport à l'état de référence, les cartographies IPF (Figure IV.16) mettent en évidence des modifications microstructurales mésoscopiques importantes dans des zones extrêmement proches du plan de rupture. Dans ces zones, les cartographies IPF montrent la présence de petites cellules fortement désorientées ou « petits grains » de taille comprise entre 0,2 μm et 0,5 μm . Ces « petits grains » sont présents sur toute la longueur des lèvres de la fissure, depuis le fond de fissure jusqu'à environ 200- 300 μm du site d'amorçage en surface de l'éprouvette. Ils ne sont localisés que dans la première rangée de grains martensitiques adjacente au faciès de rupture.

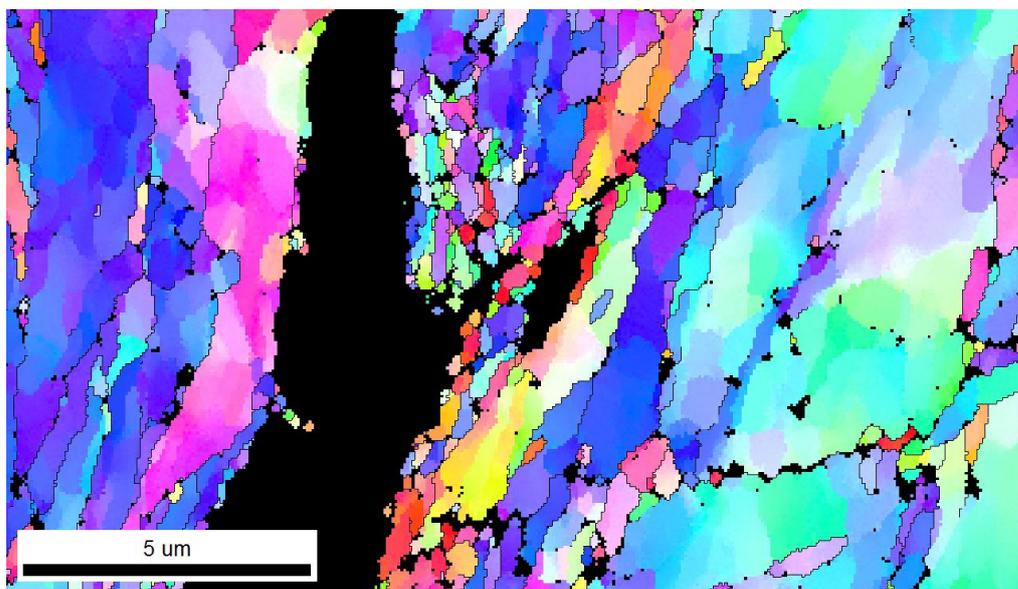


Figure IV.16 : Cartographie IPF montrant les petits grains près des lèvres de la fissure à 2 mm du site d'amorçage de la fissure principale après essai à l'air et à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$).

A la Figure IV.17, sont représentées les cartographies EBSD en pointe de fissure après essais à l'air à 350°C.

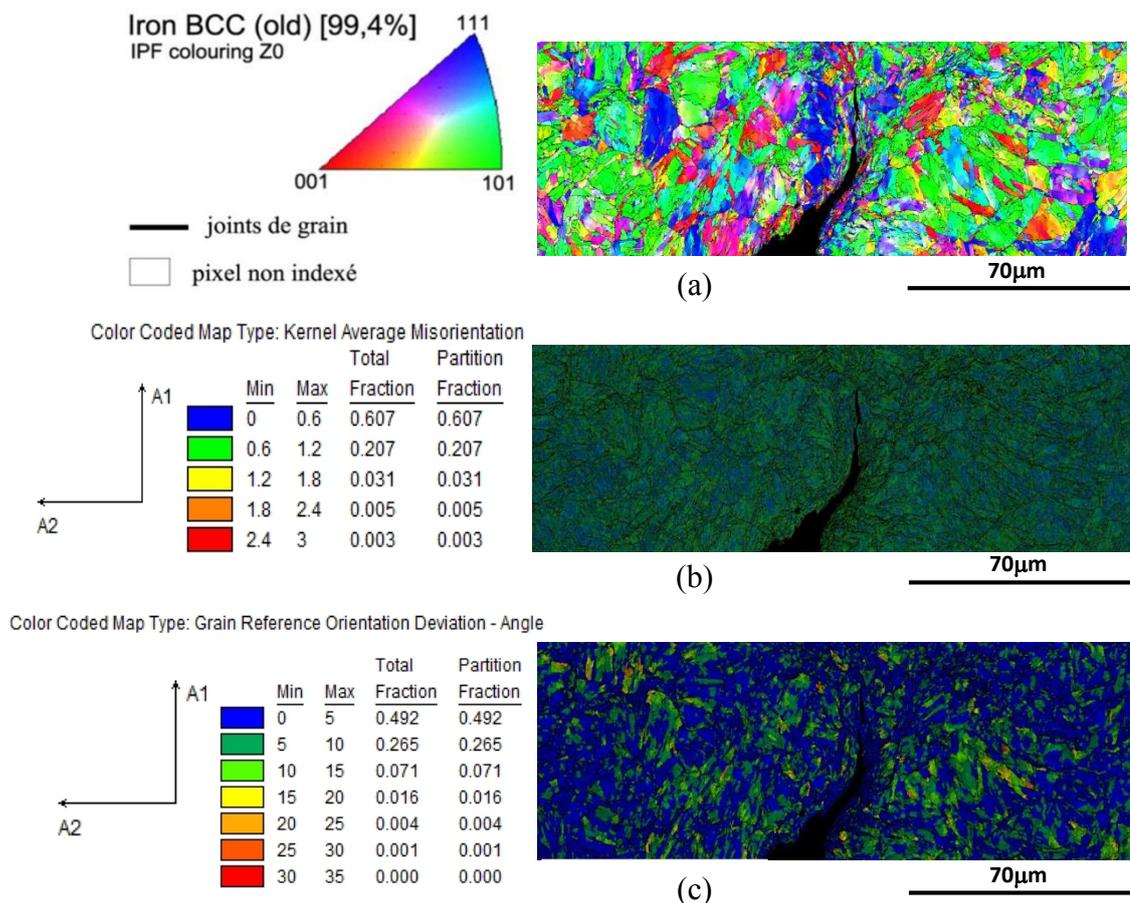


Figure IV.17 : Cartographies EBSD après essai à l'air 350°C ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : a) cartographie IPF ; b) cartographie KAM ; c) cartographie GROD.

Les cartographies KAM et GROD montrent qu'à l'intérieur de ces « petits grains », la désorientation locale est faible mais non nulle.

En considérant le critère KAM (Figure IV.17b), la désorientation locale n'est pas homogène dans l'éprouvette. Des zones présentent très peu de désorientations locales alors que d'autres ont une désorientation plus importante ($0,6^\circ$ à $1,2^\circ$), et ce indépendamment de la zone étudiée dans la zone utile de l'éprouvette. Au niveau des lèvres de la fissure, la désorientation locale mesurée par le critère KAM n'a pas évolué de manière significative. Les valeurs les plus élevées dans cette zone sont de $0,6^\circ$ à $1,2^\circ$ et sont faibles en fond de fissure.

La cartographie représentant le critère GROD est représentée Figure IV.17.c. La désorientation selon ce critère est quasi nulle au niveau des lèvres de la fissure où les « petits grains » ont été imagés par IPF. Quand on s'éloigne de la fissure, les désorientations sont comprises entre 5° et 15° , même en pointe de fissure. Ces valeurs peuvent atteindre 25° à 30° .

De toute évidence, une modification profonde de la microstructure s'est produite, observée très localement près du bord de la fissure après passage de la fissure mais résultant d'une activité intense et localisée de la déformation plastique cyclique dans la zone plastique cyclique. Les nouveaux petits grains observés dans notre cas sont obtenus à partir d'un mécanisme qui diffère de celui de la recristallisation classique. En recristallisation « classique », la microstructure d'un matériau écroui est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. En effet, l'écroutissage produit une densité de dislocations élevée, le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. Si l'énergie élastique emmagasinée par les dislocations produites lors de l'écroutissage est suffisamment élevée, alors un apport thermique peut déclencher le phénomène de recristallisation qui reconstruira la microstructure par germination et croissance de nouveaux grains contenant très peu de dislocations (Figure IV.18).

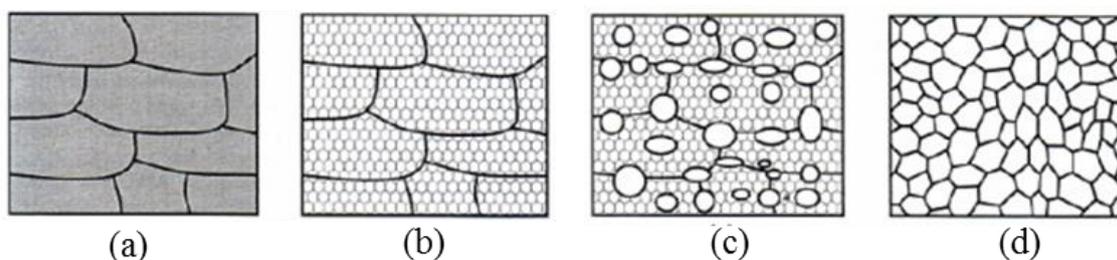


Figure IV.18 : Représentation schématique du processus de recristallisation : a) microstructure déformée, b) microstructure restaurée, c) début de la recristallisation, d) microstructure recristallisée [HUMPHREYS-2004].

La recristallisation dynamique est un phénomène qui se produit au cours de la déformation. Il est souvent référé à ce phénomène pour interpréter la déconsolidation progressive des métaux déformés à chaud (i.e. à une température de l'ordre ou supérieure de 0,7 fois la température de fusion). Un régime mécanique quasi stationnaire caractérisé par une contrainte d'écoulement quasi constante est alors observé.

Nos essais réalisés à 350°C, c'est-à-dire pour un rapport T/T_f plutôt faible, suggèrent que la recristallisation se produit en marge des mécanismes cités précédemment. Pour renforcer cette remarque, nous avons réalisé un essai de fatigue complémentaire à l'air à température ambiante sur éprouvette entaillée. Nous observons à nouveau la présence de petits grains très près du bord de la fissure (Figure IV 19a) qui ne diffèrent guère de ceux observés après les essais réalisés à 350°C, à l'air en termes de taille.

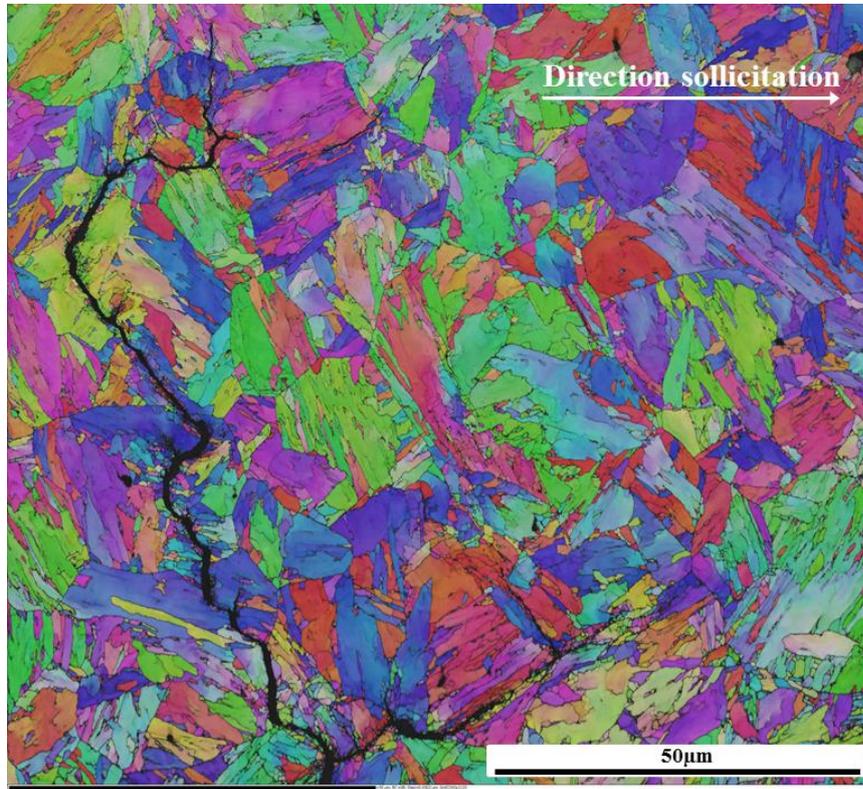


Figure IV.19a : Cartographie IPF de la zone contenant la fissure principale d'une éprouvette entaillée sollicitée à température ambiante à l'air ($\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$)

De plus, cette zone présente la même signature en termes de désorientations KAM et GROD (Figure IV.19b et c).

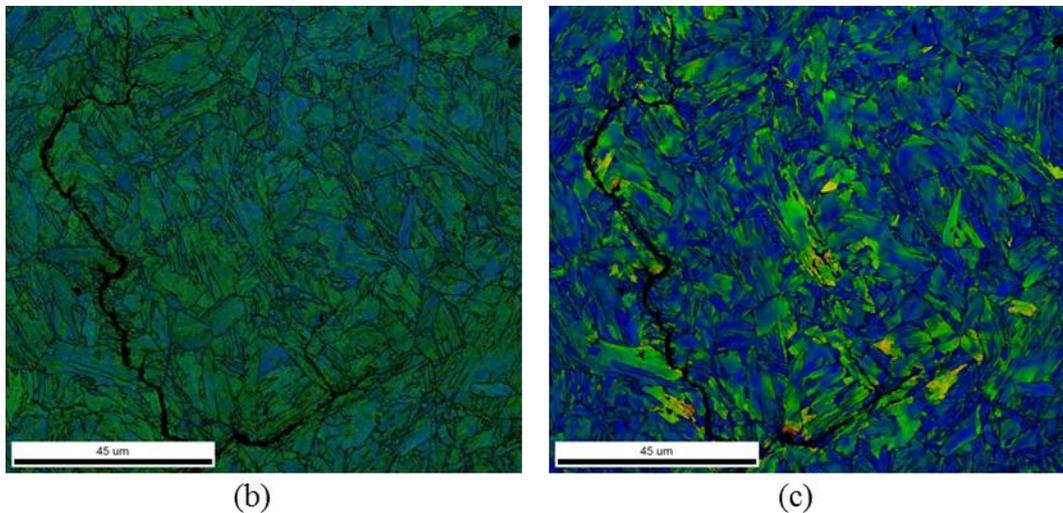


Figure IV.19 b et c : Cartographie KAM (b) cartographie GROD (c) de la zone contenant la fissure principale d'une éprouvette entaillée sollicitée à température ambiante à l'air ($\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$)

Cet essai conforte l'hypothèse selon laquelle la présence de ces « petits grains » ne relève pas d'un mécanisme classique de recristallisation par germination-croissance. Cet essai

suggère que ces nouveaux petits grains résultent d'un effet mécanique très marqué. La possibilité d'obtenir une microstructure à grains fins par effet mécanique est peu courante mais elle a été mentionnée dans le cas du cuivre pur après une déformation surfacique. Zhang *et al* [ZHANG-2014] montrent par écrouissage surfacique induit par frottement répété que des grains d'une centaine de nanomètres pouvaient se former en surface. Ils proposent que des grains équiaxiaux de cuivre initialement recuits de taille importante s'allongent sous l'action de la sollicitation mécanique répétée et se subdivisent en cellules. Ces cellules se transforment en sous grains qui se désorientent de plus en plus pour évoluer en grains fortement désorientés de petite taille (Figure IV.20).

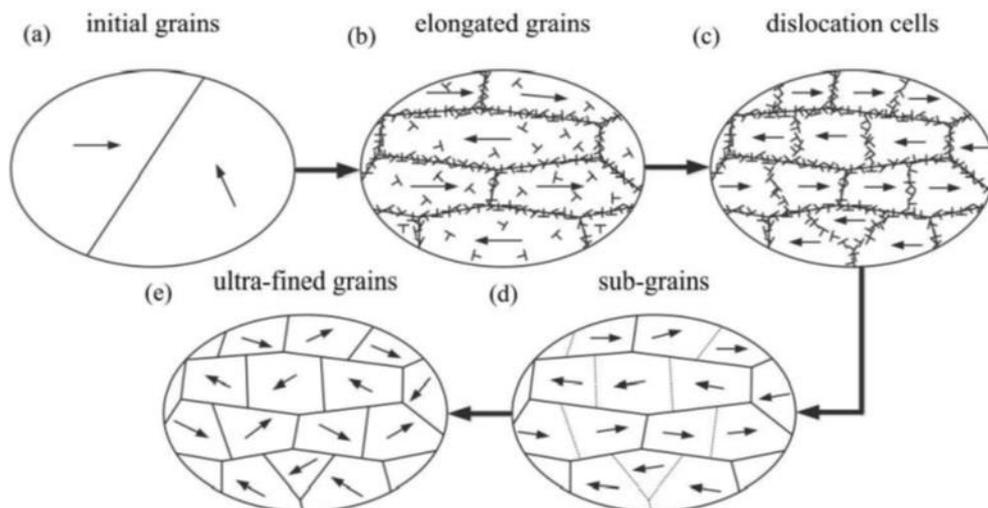


Figure IV.20 : Mécanisme de recrystallisation dans du cuivre soumis à du frottement répété d'après Zhang *et al* [ZHANG-2014]

Dans notre cas, dans l'état de réception, avant fatigue, des cellules de dislocations ont été observées à l'intérieur des lattes de la martensite (Figure IV.21).

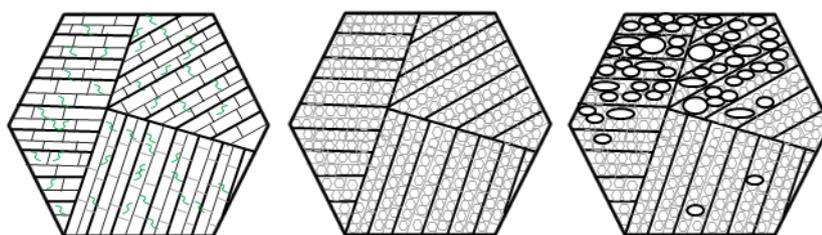


Figure IV.21 : Représentation schématique du processus d'apparition des « petits grains » au niveau des lèvres de la fissure principale après essai à l'air : a) microstructure déformée, b) microstructure restaurée, c) début de la recrystallisation

Sous chargement cyclique, une déformation plastique cyclique intense se concentre dans les paquets et blocs immédiatement adjacents à la pointe de fissure. La déformation étant « guidée » par la forme allongée de la latte, une densité de dislocations très élevée est mise en jeu, générant des cellules de dislocations ou affectant les cellules de dislocations

préexistantes. Ces parois de cellules évoluent en sous grains puis en grains fortement désorientés, d'où l'apparition de ces « petits grains » uniquement dans une partie du grain martensitique (Figure IV.21).

IV.1.3.3 Analyse EBSD en pointe de fissure après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C

Après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène (Figure IV.22), les résultats obtenus par les analyses EBSD montrent de grandes différences avec ceux précédemment observés à l'air.

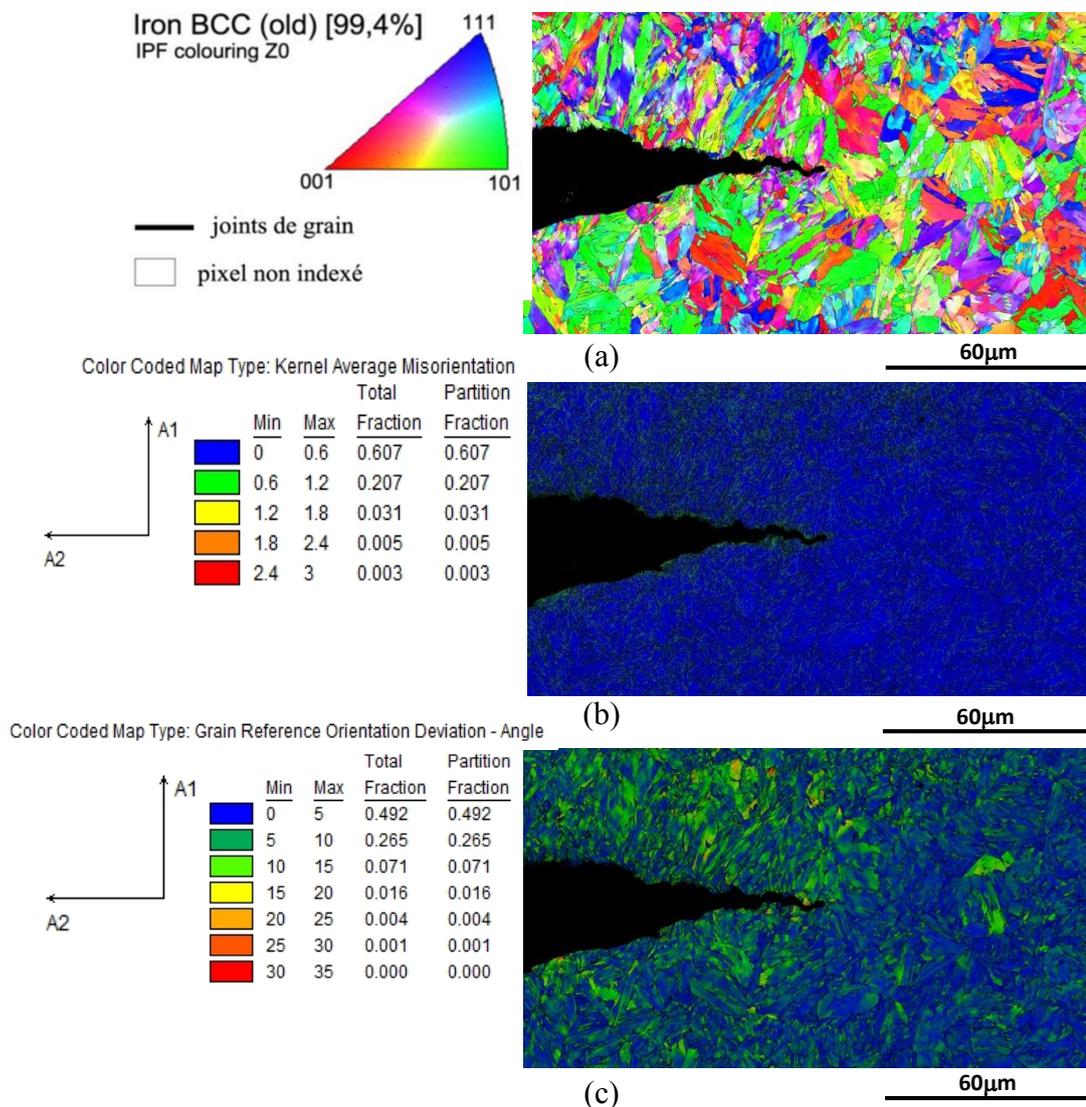


Figure IV.22 : Cartographies EBSD après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : a) cartographie IPF ; b) cartographie KAM ; c) cartographie GROD.

La cartographie IPF (Figure IV.22.a) ne révèle plus la présence d'une bande continue de « petits grains » bien qu'ils existent mais seulement en certaines zones très localisées des lèvres de la fissure principale.

La désorientation localisée représentée par le critère KAM (Figure IV.22.b) n'est pas homogène: en avant de la fissure et loin de la fissure, on ne mesure quasiment aucune désorientation locale. Près de la fissure, celle-ci est plus importante ($0,6^\circ$ à $1,2^\circ$). Cette observation montre, par rapport aux essais à l'air, une plasticité discontinue autour de la fissure et l'absence d'une large zone plastique en avant de la fissure dans le cas d'essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. Le critère GROD (Figure IV.22.c) atteint des valeurs de 20° à 25° très localement et notamment au niveau des « petits grains » en bord des lèvres de la fissure. Peu de désorientation calculée à travers le critère GROD est observée en amont de la pointe de fissure, notamment en comparaison aux cartographies obtenues après essai à l'air. De plus, l'état de la microstructure représentée à travers le critère GROD semble présenter une orientation préférentielle à 45° par rapport au chemin de fissuration.

Une des zones des lèvres de la fissure où les « petits grains » commencent à se former a été analysée en détail. De même qu'à l'air, la taille des « petits grains » varie entre $0,2\mu\text{m}$ et $0,5\mu\text{m}$, et ils sont visibles jusqu'à environ $1,5\mu\text{m}$ du plan de fissuration (Figure IV.23) Les désorientations mesurées par le critère KAM sont de $0,6^\circ$ à $1,2^\circ$, et celles mesurées par le critère GROD varient entre 0° et 20° (Figure IV.24).

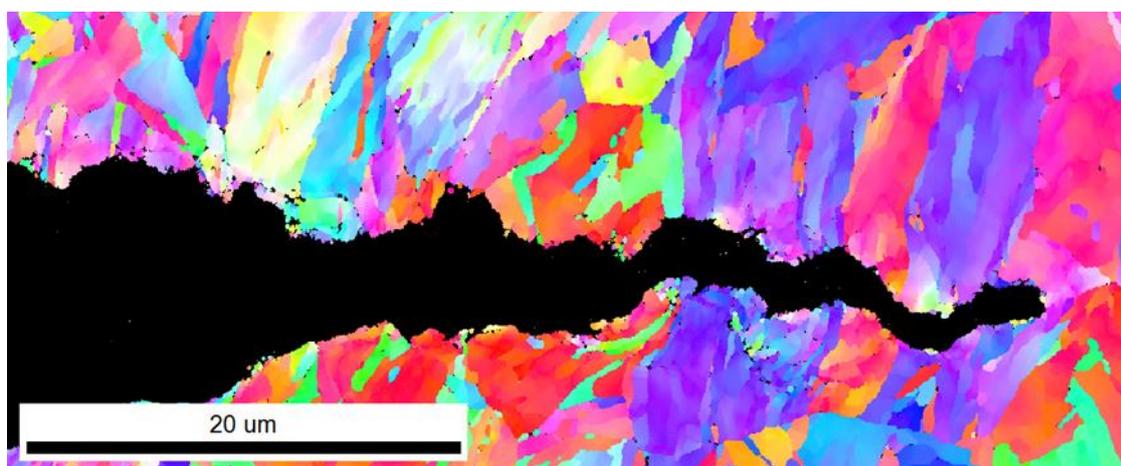


Figure IV.23 : Image en IPF des lèvres de la fissure et en pointe de fissure après essai dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

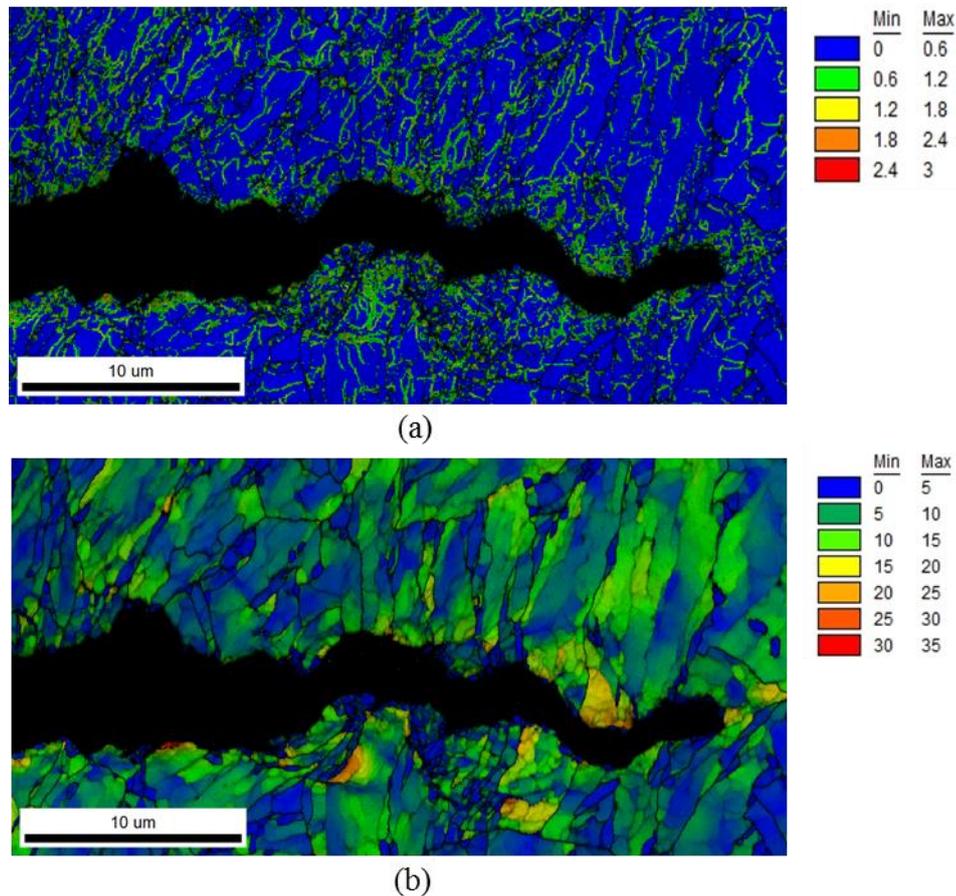


Figure IV.24 : Cartographies d'une zone le long des lèvres de la fissure et en pointe de fissure : petits grains observés après essai dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : a) cartographie KAM, b) cartographie GROD.

La Figure IV.25 montre les cartographies GROD et GOS (moyenne de l'indicateur GROD) des zones 1, 4 et 5 de l'échantillon testé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Les cartographies ont été acquises à différents endroits le long de la fissure : à l'amorçage, à 2 mm de l'amorçage et à la pointe de la fissure. Dans les trois cas, certains endroits très localisés présentent des désorientations très importantes. Ces zones sont espacées d'environ 40-45 μm , c'est-à-dire nettement inférieures à la distance interstries.

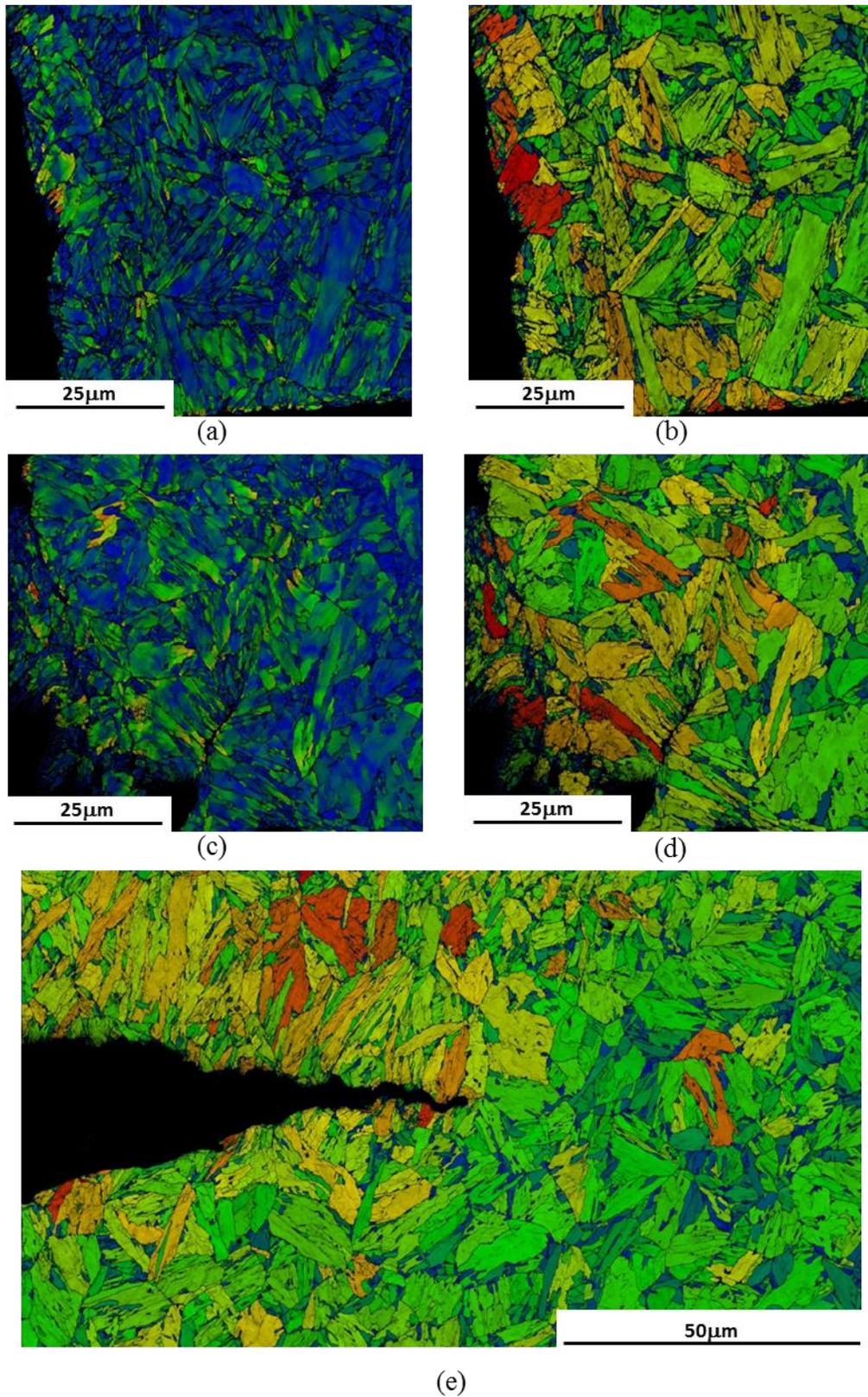


Figure IV.25 : Cartographies GROD et GOS de différents endroits le long de la fissure, après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et à 350°C ($\Delta\varepsilon_t = 1,2\%$, $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) : a) et b) à l'amorçage, c) et d) à 2 mm de l'amorçage, e) à la pointe de la fissure.

Les résultats obtenus après essai en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène montrent la quasi-absence de « petits grains » et la localisation de la déformation plastique en présence de l'eutectique Pb-Bi.

IV.1.3.4 Conclusion des analyses EBSD

Les résultats obtenus à partir des analyses EBSD montrent que, lorsque le matériau est sollicité à 350°C à l'air, la microstructure est fortement affectée autour des lèvres de la fissure, au niveau d'une zone inférieure à la taille de l'ancien grain austénitique. Les analyses révèlent la présence de petits grains qui ne peuvent être expliqués par un mécanisme classique de recristallisation opérant par germination-croissance. Dans l'eutectique Pb-Bi, ces petits grains n'apparaissent que très occasionnellement et localement. Leur espacement est inférieur à la distance interstrie.

Dans les deux milieux, les valeurs maximales atteintes par les critères KAM et GROD sont similaires.

IV.2 Mécanisme proposé

Sur la base des résultats expérimentaux et des analyses présentées au chapitre III et à la section IV.1 de ce chapitre, nous terminerons ce chapitre par la proposition d'un mécanisme phénoménologique de propagation de la fissure longue de l'acier T91 à l'air et dans l'eutectique Pb-Bi.

Auparavant, nous reviendrons sur deux modèles de la littérature qui expriment les influences possibles d'un métal liquide sur les phénomènes de déformation plastique et de propagation des fissures.

IV.2.1 Modèles SJWK et de Lynch

Modèle SJWK:

Le modèle de réduction de cohésion induite par l'adsorption a été proposé par Stoloff et Johnston [STOLOFF-1963] et Westwood et Kamdar [KAMDAR-1973]. Ils reposent sur

l'effet Rehbinder qui considère que l'adsorption du métal liquide sur une surface peut provoquer une diminution de son énergie de surface γ_s et un affaiblissement des liaisons interatomiques du métal solide. Si ce phénomène se produit en fond de fissure en présence d'un champ de contraintes, la rupture de ces liaisons permet une avancée rapide de la fissure. En effet, comme le montre la Figure IV.26.a, si l'atome du métal liquide B est adsorbé en arrière de la fissure, une réorganisation électronique se produira qui peut donner lieu à la réduction de la force de cohésion dans la liaison A-A₀ en avant de la fissure

La contrainte pour écarter les deux atomes A et A₀ varie avec (dU/da), de $\sigma = 0$ (quand $a = a_0$) jusqu'à la contrainte maximale σ_m au point d'inflexion U₁ de la courbe U(a) (Figure IV.26.b).

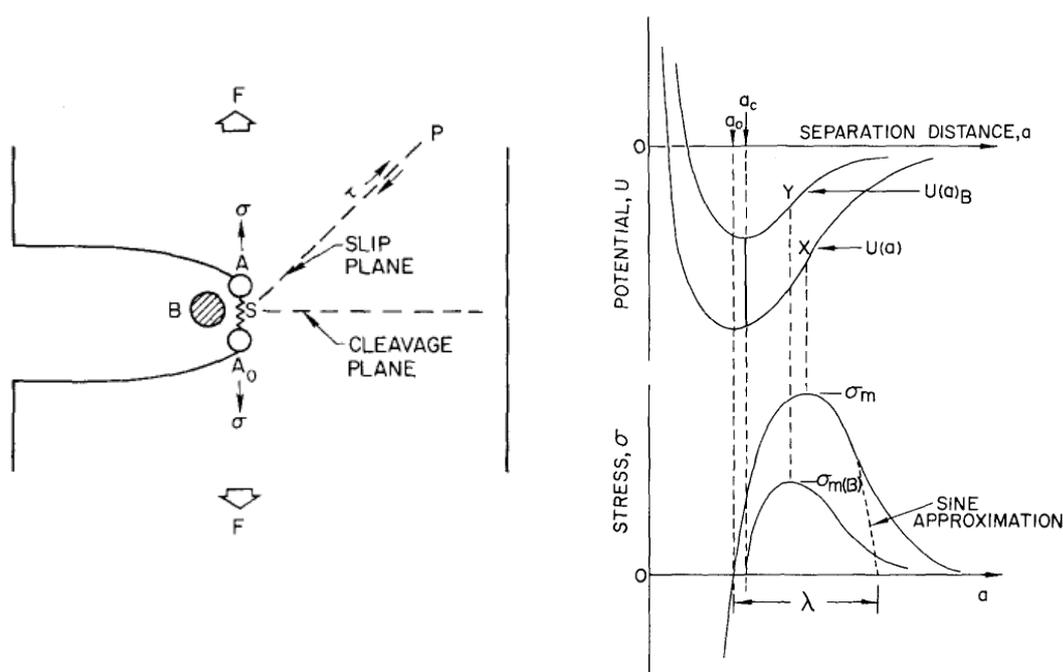


Figure IV.26 : Illustration des mécanismes du modèle SJWK [KAMDAR-1973].

Si la contrainte maximale nécessaire pour rompre la liaison interatomique est σ_m et si le travail requis pour la rupture de liaison est égale à l'énergie de surface de la nouvelle surface créée, alors σ_m est donnée par l'équation suivante:

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{a_0}} \quad \text{Eq.IV.2}$$

Avec σ_m (MPa), E le module d'Young (MPa), γ_s l'énergie de surface (J/mm²) et a_0 (mm) la distance d'équilibre entre les atomes le long du plan de rupture.

La diminution de l'énergie de surface par adsorption d'atomes du métal liquide conduit à diminuer la contrainte σ_m qui permet une propagation aisée et rapide par rupture successive des liaisons interatomiques A-A₀.

Modèle de Lynch:

Dans le modèle de Lynch, le mécanisme d'affaiblissement des liaisons interatomiques du matériau solide, par l'adsorption des atomes du métal liquide en fond de fissure, entraîne une plasticité localisée et une zone plastique plus petite en avant de la pointe de la fissure ce qui explique une rupture ductile en présence de métal liquide mais avec des cupules très petites.

En milieu inerte, l'existence de défauts superficiels favorise l'activation des sources de dislocations en avant de la pointe de la fissure (Figure IV.27). Les dislocations conduisent à l'émoussement en fond de fissure et génèrent une importante plasticité. Cela permet la formation de cavités en avant de la fissure qui coalescent et entraînent la propagation de la fissure. Dans ce cas, la rupture est ductile.

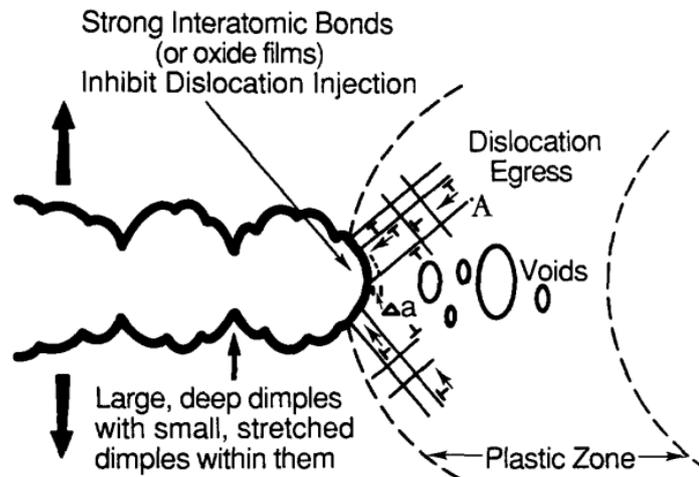


Figure IV.27 : Mécanisme de propagation d'une fissure dans un milieu inerte [LYNCH-1989].

En présence de métal liquide, le processus de croissance et de propagation de fissures est différent. L'adsorption des atomes de métal liquide entraîne l'affaiblissement des liaisons interatomiques et la réduction locale de la contrainte de cisaillement en fond de fissure. Ceci permet la nucléation des dislocations sur deux systèmes de glissement qui s'activent en fond de fissure, et qui favorisent la croissance et la propagation de la fissure. Dans ce cas, la zone plastique en fond de fissure est très réduite, la nucléation des cavités n'est

pas possible loin en avant de la fissure. Ainsi la taille des cavités et donc des cupules est très réduite (Figure IV.28).

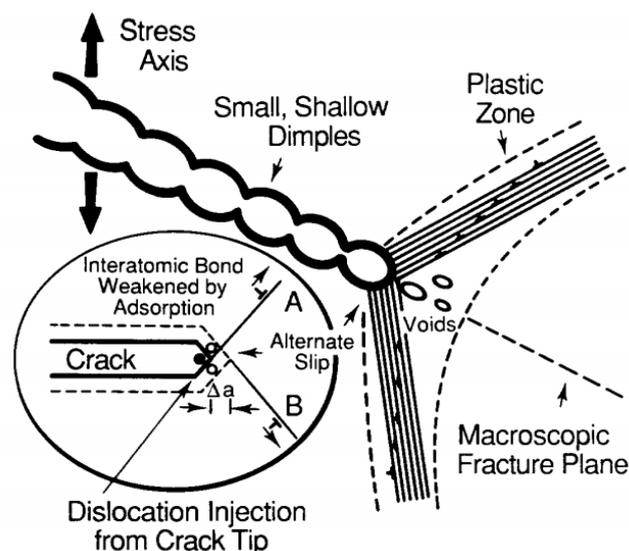


Figure IV.28 : Mécanisme de propagation d'une fissure dans un milieu fragilisant [LYNCH-1989].

IV.2.2 Mécanisme d'endommagement de l'acier T91 à 350°C à l'air

Le mécanisme de propagation par fatigue de la fissure longue pour l'acier T91 à 350°C sollicité à l'air, à différentes variations de déformation totale et à une vitesse de déformation de $4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ peut être décrit de manière classique (Figure IV.29).

La déformation plastique cyclique met en jeu le glissement des dislocations et leur interaction qui conduit à la formation d'extrusions et d'intrusions à la surface du matériau. Dans les aciers martensitiques, la plasticité est « canalisée » le long des lattes de martensite. Des études récentes ont montré que les interfaces entre lattes sont des sites préférentiels pour la formation de l'intrusion [SEIDAMETOVA-2017]. Ces intrusions sont les germes de la microfissure. La croissance de ces microfissures est ralentie par les joints de blocs et paquets et les anciens joints de grains austénitiques et conditionnée par le franchissement de ces obstacles (Figure IV.29a). Alors que certaines de ces microfissures se trouvent bloquées, d'autres lattes inactives jusqu'à présent contribuent à l'accommodation de la plasticité, ce qui favorise l'amorçage de nouvelles microfissures dans d'autres grains. Après un certain nombre de cycles, l'accumulation de la déformation plastique permet aux toutes premières microfissures de franchir les premières barrières structurales. Les microfissures atteignent une longueur d'environ de 2 à 3 fois la taille

des grains martensitiques, mais de nouveau se trouvent arrêtées par d'autres joints de grains. Le franchissement de cette nouvelle barrière structurale est possible par l'application de cycles de charge, qui permet en même temps l'évolution de certaines intrusions en microfissure. Des fissures de surface plus longues (jusqu'à dix tailles de grain typiquement) peuvent se former par la coalescence des fissures de longueur de 2 à 3 fois la taille des grains. Seules quelques microfissures de longueur 10 tailles de grain peuvent se propager en volume. Finalement, la fissure longue prépondérante se propage en volume perpendiculairement à l'axe de la charge jusqu'à ce que la contrainte appliquée dépasse la contrainte admissible du matériau, ce qui entraîne la rupture monotone. Dans ce cas la rupture du matériau est ductile.

Le nombre et la taille des fissures augmentent avec l'augmentation de la variation de déformation totale imposée.

Sous sollicitation cyclique, la zone plastique en avant de la fissure comprend une zone monotone et une zone cyclique, noyée dans un champ élastique. Pour un matériau ductile, l'activation de très nombreuses sources de glissement dans la zone plastique cyclique conduit à une avancée de fissure relativement lente. Lors d'un cycle de chargement, durant la phase de traction, l'ouverture de la fissure et son avancée s'effectue par glissement de matière (Figure IV.29 b). L'inversion du signal de force, le passage de la traction vers la compression, active de la même manière les sources de dislocations qui vont faire progresser et émousser la fissure. Les stries de fatigue observées correspondent à cet émoussement et se forme de cycle en cycle (Figure IV.29d). La zone plastique cyclique est une zone de fort gradient de déformation. Pour les métaux de structure simple (Cu, Al), les structures de dislocations varient de l'extrême surface, où les cellules de dislocations sont observées, vers le cœur de la zone plastique cyclique où une structure en bande persistante de glissement se forme.

La complexité de la microstructure de notre acier complique la mise en évidence de ce phénomène. Cependant, malgré cela, cette particularité de gradient de déformation est apparemment observée dans notre acier martensitique sollicité à 350°C comme l'ont montré les analyses EBSD. La présence de cellules de dislocations dans les lattes n'est, dans notre cas, pas une preuve irréfutable de déformation plastique cyclique puisque des cellules de dislocations sont préexistantes avant l'essai de fatigue. Néanmoins, elles sont considérées comme une structure accommodant la déformation plastique cyclique. Cependant, la présence de petits grains, révélée sans ambiguïté dans la zone adjacente du plan de fissure par les analyses EBSD, indique qu'une évolution de la microstructure induite par la déformation cyclique s'est produite. Pour l'essai à l'air, à 350°C, $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$,

$\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, ces petits grains ne sont observés que dans certains blocs du grain martensitique adjacent au plan de rupture (Figure IV.29b). La présence de ces petits grains ne peut pas être déduite de mécanisme de recristallisation classique qui opère généralement à des températures plus élevées. Cependant, nous proposons de conserver le terme « recristallisation dynamique » puisque de nouvelles entités délimitées par des frontières et fortement désorientées sont bien réelles. Cette zone recristallisée est observée tout le long de la fissure à une distance d'environ $100 \mu\text{m}$ de la surface, c'est-à-dire environ quatre fois la taille du grain martensitique (Figure IV.29b). Cette distance pourrait correspondre à la transition fissure courte \rightarrow fissure longue.

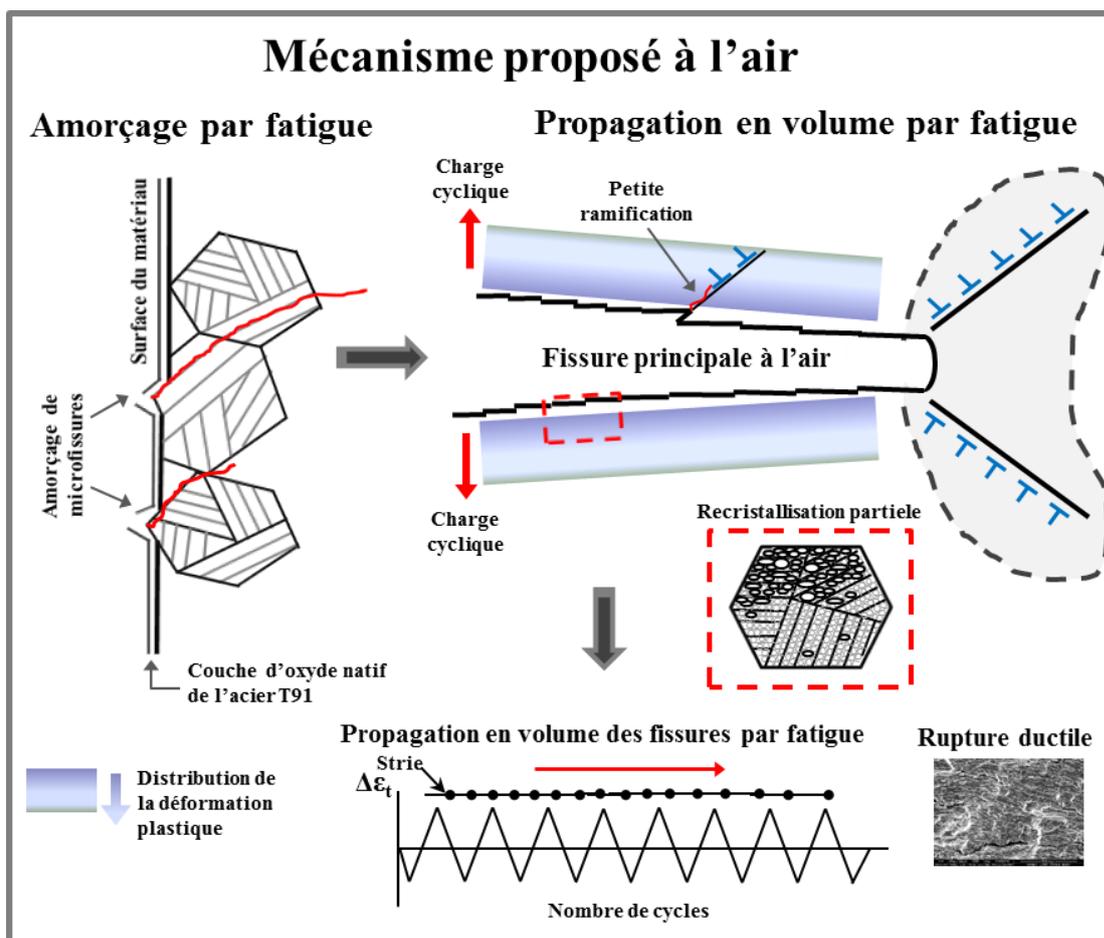


Figure IV.29 : Mécanisme de fissuration proposé pour l'acier T91 sollicité à 350°C , à l'air ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$).

IV.2.3 Mécanisme d'endommagement par fatigue de l'acier T91 à 350°C dans l'eutectique Pb-Bi

La discussion est basée sur les expériences réalisées dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

La présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène modifie complètement l'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier T91 par rapport à l'air. Il agit à la fois sur le mécanisme de fissuration en surface et en volume. L'influence du métal liquide sur le processus d'amorçage et de propagation par fatigue de la fissure repose sur le contact intime entre les atomes Pb et/ou Bi et le fond de fissure. Le schéma du mécanisme proposé est présenté Figure IV.30.

- Modification de l'endommagement de surface

Comme pour le mécanisme d'endommagement à l'air, le glissement des dislocations dans les lattes de martensite conduit à des glissements de matière en surface du matériau, aux extrusions puis aux intrusions. Ces intrusions sont susceptibles de croître jusqu'à atteindre la taille d'un paquet par simple effet mécanique cyclique. Si le métal liquide atteint le fond de la fissure courte, deux possibilités sont offertes :

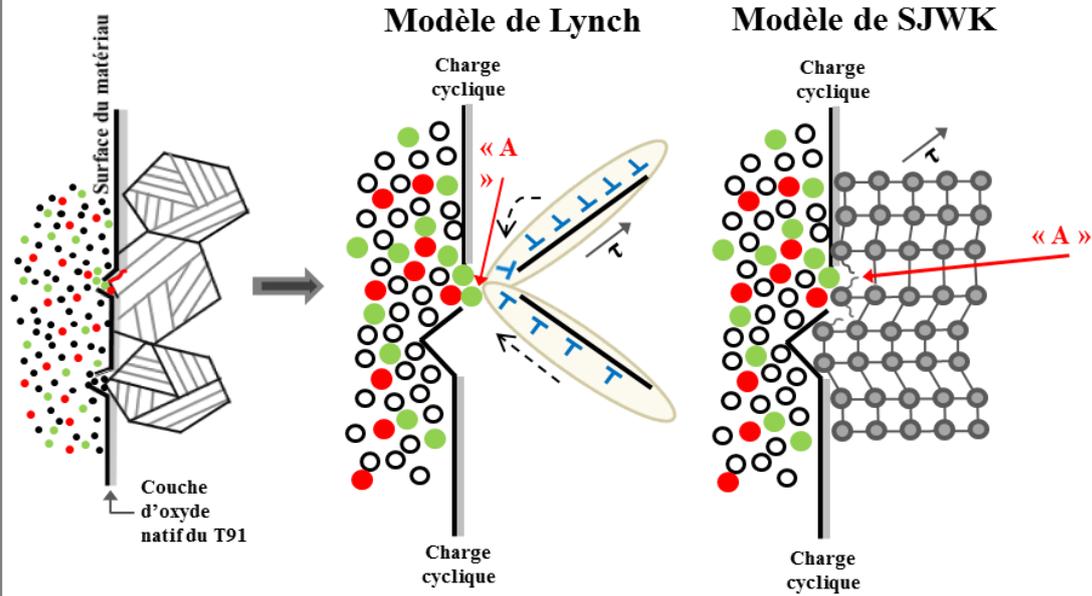
- l'évolution de la fissure courte est insensible à la présence du métal liquide et sa croissance ne s'effectue que par accumulation de déformation plastique cyclique pour permettre le franchissement de la barrière structurale,

- le métal liquide interagit avec le fond de microfissure de sorte qu'elle franchit de manière brutale les barrières structurales.

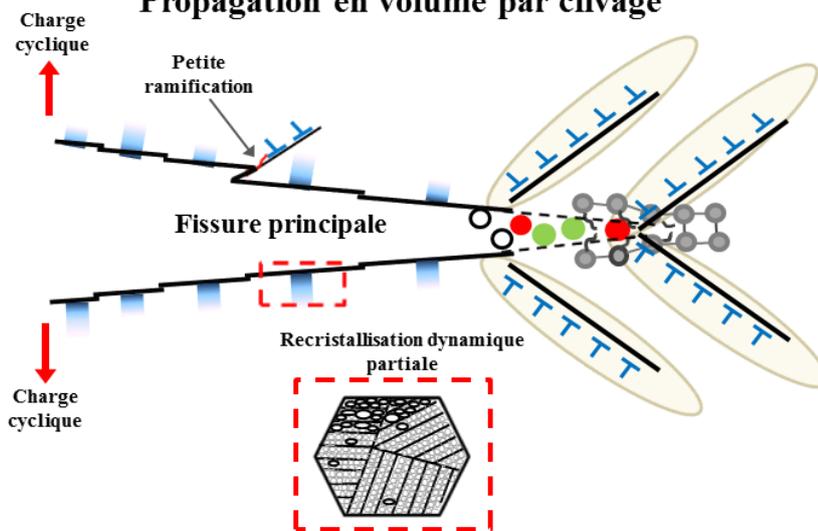
C'est cette deuxième option qui est observée puisqu'aucune fissure courte de taille comprise entre un et dix grains martensitiques n'est observée. La déformation plastique cyclique en surface conduit à la destruction locale de la couche d'oxyde natif de l'acier T91 et permet l'adsorption des atomes de plomb et/ou de bismuth sur la surface fraîche. L'eutectique Pb-Bi contenant de l'oxygène, une oxydation peut avoir lieu mais compte tenu de l'activité de la déformation cyclique et des cinétique de formations d'oxydes, la reconstruction d'un film d'oxyde stable est empêchée (Figure IV.30a).

Mécanisme proposé dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Amorçage et propagation par adsorption des atomes



Propagation en volume par clivage



Propagation en volume de fissures par clivage

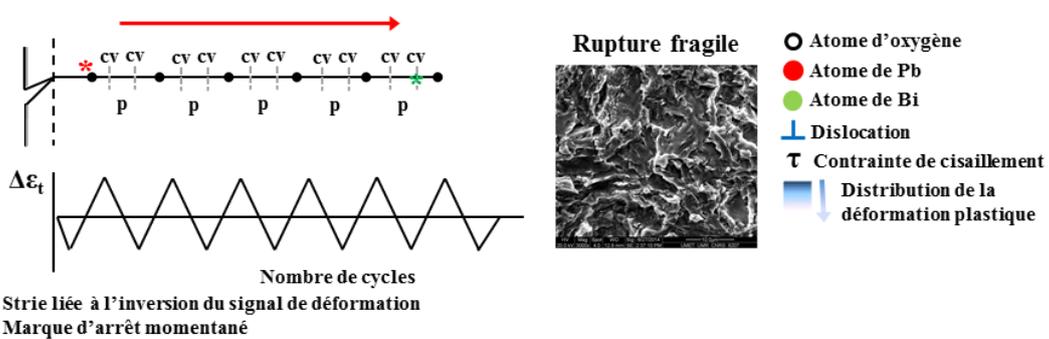


Figure IV.30 : Mécanisme de fissuration proposé pour l'acier T91 sollicité à 350°C, dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$).

Tant que la fissure demeure de taille réduite (taille inférieure à un ou deux grains martensitiques), la croissance reste lente même si les atomes du métal liquide produisent l'effet Rehbinder diminuant la contrainte de cohésion (modèle SJKW) ou la contrainte de cisaillement (modèle de Lynch) (Figure IV.30b). En effet, le facteur d'intensité local reste très faible devant le facteur d'intensité critique qui permettrait une propagation rapide. Nous n'excluons pas la possibilité que l'intrusion ou la fissure (très) courte progresse plus vite dans le métal liquide qu'à l'air mais l'effet n'est pas perceptible macroscopiquement. Par ailleurs, les fissures très courtes étant inclinées vis-à-vis de l'axe de chargement, le modèle de Lynch apparaît approprié pour expliquer leur évolution rapide.

- Modification de l'endommagement en volume

Dès que la longueur de la fissure dépasse deux grains martensitiques, la fissure est apte à se propager en volume et avance de manière « saccadée », et ce à différentes échelles. L'eutectique Pb-Bi affecte sans ambiguïté la propagation de la fissure. De par la plasticité cyclique très localisée, la reconstruction d'un film d'oxyde en fond de fissure est certes possible à cause de l'oxygène dissous dans le métal liquide mais continuellement mise à mal. Cela permet aux atomes du métal liquide de s'adsorber et de promouvoir une propagation de fissure assistée par métal liquide (Figure IV.30 c). La fractographie montre que le faciès de rupture relatif à la phase de propagation en volume est caractéristique d'une rupture par clivage « jalonnée » de stries (Figure IV.30d). Le modèle SJKW semble bien adapté pour rendre compte du faciès fragile observé entre deux stries, ces dernières résultant de l'inversion du chargement mécanique. Durant la phase de traction (de ε_{\min} à ε_{\max}), la longueur de la fissure, dont la taille minimum est finalement assez faible (supérieure à trois tailles de grain martensitique) et l'affaiblissement des liaisons atomiques en contact avec le métal liquide conduisent à une valeur du facteur d'intensité de contrainte K_I supérieure au facteur d'intensité de contrainte critique local du matériau $K_{I\text{loc}}$. Par ailleurs, les analyses EBSD, ne révèlent plus la présence continue de grains fins adjacents au plan de rupture. Seules des zones très localisées, comprises entre deux stries sont décorées de grains fins. Ces zones témoignent d'un arrêt de la propagation par clivage et de la présence d'une plasticité localisée intense. Cet arrêt temporaire en cours de chargement reflète une ré-augmentation du facteur d'intensité critique due à un effet atténué voire absent de l'adsorption. Une des causes possibles est l'absence de métal liquide en fond de fissure non « alimenté » en métal liquide due à un effet de capillarité. Une autre raison est une oxydation du fond de fissure due à la présence élevée, locale et temporaire d'oxygène.

L'avancée de la fissure se produit par clivage cyclique comme on peut l'observer en corrosion sous contrainte et non par « pure fatigue » comme à l'air. Le mécanisme de formation d'une fissure longue en fatigue est aussi modifié radicalement par ce phénomène.

IV.2.4 Influence de la teneur en oxygène

Rappelons que pour les essais réalisés dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux oxygène, les résultats ont été classés en deux lots selon que les durées de vie étaient proches ou plus faibles que celles mesurées dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène. De plus, nous avons observé une présence plus importante de fissures courtes dans les éprouvettes rompues dans l'eutectique Pb-Bi à bas taux oxygène. En revanche, les faciès de rupture étaient semblables dans les deux milieux, avec notamment la présence de zones fragiles entre des stries.

Puisque la seule variable entre ces essais est la teneur en oxygène, 10^{-5} % massique d'oxygène pour l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et 10^{-7} à 10^{-9} % massique pour l'eutectique Pb-Bi à bas taux oxygène (voir section I.2.1 et I.6.3 du chapitre I), il est tout à fait légitime de se poser la question de la dissolution de l'acier T91, en particulier en fond de fissure si la teneur en oxygène atteint des valeurs faibles. Selon le diagramme d'Ellingham, ces teneurs en oxygène (10^{-7} à 10^{-9} % massique) pourraient conduire à un régime d'oxydation de l'acier T91. Cependant les valeurs de concentration en oxygène les plus faibles (10^{-9} % massique) pourraient conduire à une dissolution ou être insuffisante pour reformer la couche d'oxyde.

Deux questions émergent alors :

- La diminution de la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi à 350°C peut-elle favoriser l'amorçage des fissures ?
- La diminution de la teneur en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi à 350°C peut-elle favoriser la propagation des fissures courte et longue ?

Le fait qu'aucune d'étude ait été effectuée sur la tenue à la corrosion/dissolution de l'acier T91 à des températures inférieures à 400°C suggère peut être déjà une tendance. Deloffre *et al.* [DELOFFRE-2002] ont étudié la tenue à la corrosion de l'acier martensitique 56T5 (10.51Cr, 0.66Ni, 0.65Mo) dans l'eutectique Pb-Bi entre 300°C et 500°C et pour une teneur en oxygène comprise entre 10^{-6} et 10^{-7} % massique pendant 3000 heures. Aucune

corrosion n'est observée au-dessous de 400°C. Pour affecter les mécanismes d'amorçage des fissures et favoriser un mécanisme basé sur des phénomènes de corrosion, l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène devrait modifier l'état de surface de notre acier qui comporte une couche native épaisse de quelques nanomètres et constituée de FeCr_2O_4 avec éventuellement en surface une fine couche de Fe_2O_3 [LESUEUR-2002, AUGER-2008]. La littérature nous indique que cette couche d'oxyde est plutôt stable. Elle peut être détruite si l'essai de corrosion s'effectue en condition dynamique, c'est-à-dire avec une circulation du métal liquide. A partir d'essais réalisés en boucle à 400°C et pendant 4500 heures dans l'eutectique Pb-Bi avec un taux d'oxygène compris entre 10^{-8} et 10^{-10} % massique, Benamati *et al.* [BENAMATI-2005] observent une perte de matière et une faible pénétration du métal liquide (inférieure à 5 μm) à cause de la destruction des couches d'oxydes natifs de l'acier T91 du fait de la circulation du métal liquide. A une température plus importante, 600°C, Martinelli *et al* [MARTINELLI-2005] ont mis en évidence une dégradation de surface de l'acier T91 après une immersion dans l'eutectique Pb-Bi contenant 10^{-10} % massique d'oxygène pendant 613h. Cette dégradation consiste en une perte de masse moyenne évaluée entre 1,5 et 5,6 mg/cm^2 et à une attaque intergranulaire très marquée. Il a été montré par des essais de fatigue en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène sur des éprouvettes pré-immersées dans les conditions pré-citées, que l'attaque intergranulaire provoque un impact très négatif sur la résistance à la fatigue oligocyclique [VOGT-2007].

Compte tenu du fait que la durée d'immersion totale de notre acier dans l'eutectique Pb-Bi et la température d'essai sont beaucoup plus faibles que celles explorées dans les articles cités précédemment, et que nos essais se déroulent en condition stagnante, pour une teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi compris entre 10^{-7} et 10^{-9} % massique, nous pouvons conclure qu'aucune détérioration ou modification de la surface se produit par simple effet du contact entre l'acier T91 (couvert de sa couche d'oxyde natif) et l'eutectique Pb-Bi à basse teneur en oxygène.

Par conséquent, la nature et le mécanisme d'amorçage des fissures courtes ne devraient être guère différents de ce qui a été exposé pour les essais à l'air et en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, à savoir leur formation à partir des effets produits par l'émergence des extrusions et l'apparition d'intrusions (Figure IV.31). Cependant, l'observation en quantité plus élevée de fissures (très) courtes, d'une taille d'un grain martensitique dans les éprouvettes fatiguées dans l'eutectique Pb-Bi à basse teneur en oxygène, suggère une facilité accrue de transformer les intrusions en fissures courtes. Ainsi, la présence d'oxygène en quantité plus faible en fond d'intrusion jouerait en faveur d'une oxydation inopérante ou de composition chimique différente [AUGER-2008] facilitant les effets

d'adsorption des atomes du métal liquide. Puisque les fissures très courtes sont orientées vis-à-vis de l'axe de chargement, nous pouvons en déduire comme pour les essais en eutectique Pb-Bi saturé que leur croissance résulte d'un cisaillement actif en fond d'entaille comme le prévoit le modèle de Lynch.

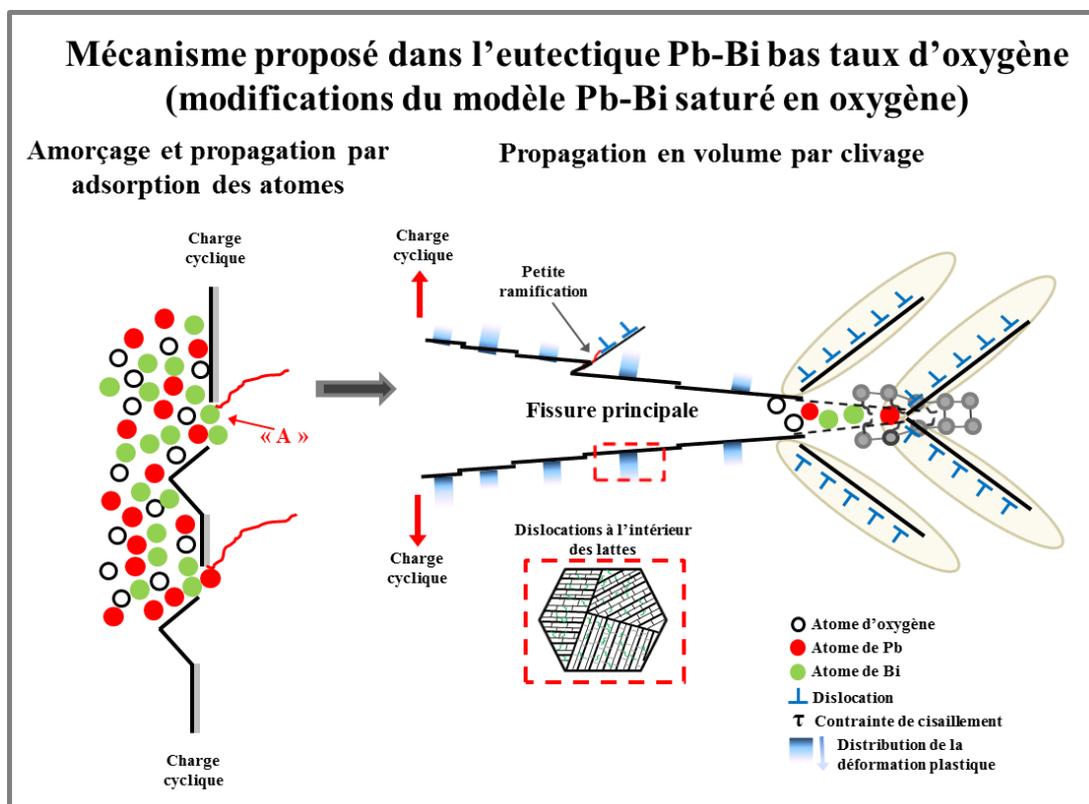


Figure IV.31 : Mécanisme de fissuration proposé pour l'acier T91 sollicité à 350°C, dans l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène ($\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$).

En ce qui concerne la propagation de la fissure en volume, notamment la vitesse de propagation estimée à partir de la chute de la contrainte avant la rupture finale, les essais réalisés dans l'eutectique à faible teneur en oxygène ont conduit à deux effets. Soit une augmentation de la vitesse de propagation par rapport aux essais réalisés dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène est notable, soit la fissure se propage quasiment à la même vitesse dans les deux milieux (Figure III.14).

Le regroupement des essais en deux lots sur les diagrammes caractérisant la résistance à l'amorçage (Figure III.12) et la résistance à la propagation (Figure III.14) des fissures de fatigue peuvent s'interpréter de la même manière. La concentration en oxygène au sein du métal liquide peut fluctuer car le métal liquide est stagnant, et que des points froids ou chauds peuvent être localement présents. Pour une valeur globale relativement faible du taux d'oxygène atteinte dans nos expériences, celle-ci peut néanmoins atteindre localement des valeurs élevées comme au pied des intrusions et fissures courtes, comme

dans la pointe de la fissure longue, et rendre le comportement du matériau semblable à celui observé en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.

Notons que la fractographie diffère peu entre les deux milieux. Ainsi, la teneur en oxygène ne devrait pas produire d'effet notable à cette échelle pour les conditions d'essais ici analysées. Ainsi, la propagation en volume est également compatible avec le modèle SJKW. En revanche, il n'est pas possible de conclure sur l'avancée discontinue de la fissure observée dans l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène durant l'ouverture de la fissure. En effet, seules des analyses EBSD permettraient de répondre à cette question mais malheureusement elles n'ont pas pu être conduites avec succès sur les éprouvettes rompues dans l'eutectique Pb-Bi à basse teneur en oxygène.

IV.2.5 Influence de la vitesse de déformation

Dans la section III.4 du chapitre III, il a été montré que réduire la vitesse de déformation d'un facteur 10 (de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) réduisait la résistance à la fatigue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène surtout pour les variations de déformation les plus élevées. Aux faibles variations de déformation, l'influence de la vitesse de déformation est négligeable. Cette tendance est contradictoire avec celle observée par Gong *et al* [GONG-2015]. Cependant, nous resterons très prudents pour proposer une explication puisque les plages de vitesse de déformation et les conditions d'essais sont différentes.

Bien que le rôle de la vitesse sur la durée de vie n'ait pas été étudié à l'air, nous suggérons une explication concernant l'effet de la vitesse de déformation sur la durée de vie. Puisque la résistance à la fatigue oligocyclique en milieu Pb-Bi est plus faible à faible vitesse de déformation, c'est que les intrusions ou microfissures amorcées par la déformation cyclique sont moins stables. En effet, comme mentionné précédemment, nous excluons l'amorçage d'un défaut par simple immersion dans l'eutectique Pb-Bi même si le temps d'immersion est plus long. L'évolution de la fissure courte en fissure longue lors des essais à faible vitesse dans l'eutectique Pb-Bi reste toutefois similaire à ce qui se passe lors des essais à vitesse plus élevée simplement il est accéléré. Nous attribuons toujours ce phénomène aux effets d'adsorption des atomes de plomb et/ou bismuth sur la surface fraîche qui se forme en fond d'entaille. La déformation plastique cyclique en surface remplit toujours son rôle « destructeur » de couche d'oxyde natif de l'acier T91, son rôle « promoteur » d'adsorption et son rôle « inhibiteur » de reconstruction d'un film stable. C'est ce dernier rôle qui pourrait être amplifié. En effet, la mobilité des dislocations

dépend de leur vitesse et de la contrainte de cisaillement qu'elles subissent. Le déplacement des dislocations se produit quand la contrainte à courte distance (encore appelée contrainte effective) et la contrainte à longue distance (encore appelée contrainte interne) sont surpassées. Pour nos conditions d'essai, le comportement de notre acier s'apparente à celui d'un acier de structure CC dans le régime haute température. Ainsi, bien que la contrainte effective soit relativement faible, inférieure à la contrainte interne, la contrainte effective est encore plus faible lorsque la vitesse de déformation diminue, ce qui accroît la mobilité des dislocations. Ainsi, l'émission de dislocations et leur déplacement déjà facilités par les effets d'adsorption s'en trouvent amplifiés diminuant ainsi les chances de reconstruction d'un film d'oxyde. La microfissure progresse ainsi plus vite par le mécanisme de cisaillement promu par métal liquide. Nous montrons ici une certaine analogie entre la sollicitation cyclique et la sollicitation monotone lente où une propagation rapide et fragile de la fissure était observée à partir d'une certaine vitesse de déformation [YE-A-2014].

IV.2.6 Influence de la forme du signal sur le mécanisme de fissuration de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène

Par rapport à des essais menés en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène à $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ avec un signal triangulaire, les différences observées après un essai avec un maintien en traction pendant 10 minutes sont les suivantes:

- une réduction plus importante de la durée de vie pour les essais avec maintien en traction mais seulement pour les variations de déformation les plus faibles,
- l'existence de plusieurs sites d'amorçages de fissures (pas une seule fissure mais plusieurs fissures longues et courtes) dans le cas d'un maintien en traction.

On peut tout d'abord remarquer que le temps de maintien en traction en présence de métal liquide semble avoir aucun effet sur l'étape de propagation des fissures mais seulement sur l'étape d'amorçage.

En présence d'eutectique Pb-Bi, en fatigue oligocyclique sans temps de maintien, le métal liquide favorise la propagation rapide des fissures ce qui a pour effet d'inhiber la création de fissures secondaires. Avec un temps de maintien en traction, est observé un nombre important de fissures et micro-fissures.

On peut supposer alors que le temps de maintien pourrait produire trois effets :

- 1) permettre la croissance ou la propagation pendant le maintien en traction,
- 2) modifier la faculté d'une fissure existante à forcément continuer à se propager/croître au cycle suivant,
- 3) permettre l'amorçage de nouvelles micro-fissures par des mouvements de dislocations au niveau d'extrusions/intrusions.

Comme la distance inter-stries est équivalente avec ou sans maintien en traction, il est très peu probable que le temps de maintien permette une croissance accélérée des fissures existantes.

Pendant le temps de maintien en traction, on peut supposer que le fond des micro-fissures est modifiée par rapport au cas sans temps de maintien en terme de présence de couche d'oxyde et/ou d'émoussement du fond de fissure due à la modification de la plasticité et des conditions de contact acier T91 / métal liquide. Eventuellement la propagation de la micro-fissure est modifiée par rapport à ce qu'observé sans temps de maintien au cycle suivant.

Le maintien en traction, permet au niveau de la surface des mouvements de dislocations. De plus, pendant le maintien les micro-fissures pré-existantes ne se propagent pas. Ainsi, la formation de nouvelles micro-fissures secondaires est possible.

Aux variations de déformation importantes, la différence de durée de vie entre les essais avec et sans maintien est faible. A chaque cycle, les contraintes peuvent être suffisantes pour permettre la détérioration de la couche d'oxyde présente en fond de fissure et donc permettre le contact acier / métal liquide et donc la croissance des fissures et micro-fissures déjà existantes. Ainsi le temps de maintien ne modifie pas de manière importante la faculté d'une fissure existante à forcément continuer à se propager/croître au cycle suivant. Par contre il permet lors de la durée du maintien en traction la formation de nouvelles micro-fissures.

Aux faibles variations de déformation, la durée de vie est plus faible lors des essais avec maintien. On observe des fissures secondaires mais en faible nombre. Le faible nombre de fissures secondaires amorcées pendant le temps de maintien en traction peut être expliqué par les faibles variations de déformation et donc faibles contraintes. Pour qu'une fissure ou micro-fissure se propage en métal liquide, deux conditions sont nécessaires : une contrainte locale suffisante, le contact direct métal liquide / acier T91. A faible variation de déformation, les contraintes et les déformations sont plus faibles qu'à haute

déformation, entraînant localement une ouverture de fissure moins importante et donc l'obtention du mouillage du fond de fissure par le métal liquide plus difficile atteindre. Ainsi à faible variation de déformation, sous cyclage sans temps de maintien, l'obtention du mouillage du fond de fissure par le métal liquide apparaît comme une étape limitante. Un maintien en traction peut favoriser cette condition et donc permettre une croissance plus importante à chaque cycle des micro-fissures lors de la phase d'amorçage. Dans ce cas, le temps de maintien modifie la capacité de croissance des micro-fissures au cycle suivant.

IV.3 Conclusion du chapitre IV

L'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier T91 en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène est complètement modifié par rapport à celui observé à l'air. Un changement radical dans le mode de propagation de la fissure longue a été observé. Le faciès à stries ductiles observé après essais à l'air est remplacé par un faciès fragile transgranulaire décoré de stries visible à l'œil. A l'air, la présence de « petits grains » (que nous pensons résulter d'une « recristallisation dynamique ») tout le long de la fissure longue, indique qu'une évolution de la microstructure induite par de la déformation plastique s'est produite. Dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, les analyses EBSD ont montré des zones recristallisées seulement en certaines zones très localisées comprises entre deux stries.

L'influence du métal liquide sur le processus d'amorçage et de propagation par fatigue de la fissure repose sur le contact intime entre les atomes Pb et/ou Bi et le fond de fissure. Après la formation des extrusions et intrusions issues de la sollicitation cyclique, la déformation plastique cyclique en surface conduit à la destruction locale de la couche d'oxyde natif de l'acier T91 et permet l'adsorption des atomes de plomb et/ou bismuth sur la surface fraîche diminuant la contrainte de cohésion et la contrainte de cisaillement. Le modèle SJKW semble bien adapté pour rendre compte du faciès fragile observé entre deux stries de fatigue dues à l'inversion du chargement mécanique.

Le mécanisme de fissuration de l'acier T91 à 350°C en présence de l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène est très similaire à celui dans l'eutectique saturé en oxygène. L'effet de la faible teneur moyenne en oxygène peut être néfaste ou absent en raison de la teneur réelle en oxygène en fond de fissure. La faible teneur en oxygène amplifie les effets dus à l'adsorption des atomes de métal liquide en limitant la ré-oxydation de surfaces. Une

diminution de la vitesse de déformation réduit la durée de vie. La cause serait liée à la mobilité accrue des dislocations entraînant ainsi une diminution des chances de reconstruction des films d'oxydes, et donc un contact plus aisé entre l'acier et les atomes de métal liquide. La diminution de la durée de vie à faible variation de déformation et en présence d'un temps de maintien en traction est expliquée par une modification de la capacité des micro-fissures à se propager au cycle suivant.

CONCLUSION

L'objectif de cette étude était d'évaluer dans une première partie le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier martensitique T91, à l'air et en présence de l'eutectique Pb-Bi en prenant en considération la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, la température, la vitesse de déformation et un maintien en traction. La deuxième partie a été consacrée à l'étude des mécanismes d'endommagement notamment en présence de métal liquide. Il s'agissait d'expliquer l'effet de la présence de l'eutectique Pb-Bi et l'influence des conditions de chargement (vitesse de déformation, temps de maintien en traction) et de concentration en oxygène dans le métal liquide.

Afin de mener à bien cette étude et notamment de réaliser des essais de fatigue oligocyclique en eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène, un montage expérimental spécifique a été mis au point et validé lors de cette thèse.

Indépendamment du milieu et des conditions expérimentales évaluées, l'adoucissement cyclique est le comportement prédominant de l'acier T91. Aucun effet significatif de l'eutectique Pb-Bi sur le niveau des contraintes ou sur leurs évolutions par rapport à ce qu'on obtient à l'air n'est observé.

En présence de l'eutectique Pb-Bi (saturé et bas taux d'oxygène) la durée de vie en fatigue oligocyclique de l'acier T91 diminue par rapport aux essais à l'air, et notamment pour les variations de déformation totale les plus élevées. Lorsque la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide est dans la plage de 10^{-7} – 10^{-9} % massique, les durées de vie se répartissent en deux lots de résultats: un lot dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène et dans l'eutectique à faible teneur conduisent quasiment aux mêmes durées de vie, l'autre pour lequel la résistance à la fatigue en présence de l'eutectique Pb-Bi à faible teneur en oxygène est plus faible que celle en présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène.

Réduire la vitesse de déformation faible (de $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) entraîne la réduction de la durée de vie dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, notamment pour les variations de déformation élevées.

De même, l'introduction d'un temps de maintien de 600 secondes en traction lors d'essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène diminue la durée de vie en fatigue oligocyclique par rapport à la condition saturée en oxygène avec un signal triangulaire, diminution plus importante pour les niveaux de déformation les plus faibles.

La présence de l'eutectique Pb-Bi a une influence non seulement sur la phase d'amorçage et croissance des fissures courtes, mais aussi sur la phase de propagation de la fissure en volume. L'observation des coupes transverses montrent la présence d'une seule fissure pour les essais en eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, alors qu'un nombre important de fissures secondaires sont observées à l'air, et dans une moindre mesure en eutectique bas taux d'oxygène et lors des essais avec maintien en traction. Le mode de propagation en volume est aussi modifié par la présence du métal liquide. A l'air, l'acier T91 se caractérise par un faciès de rupture par fatigue à stries ductiles, alors que dans l'eutectique Pb-Bi (saturé et bas taux en oxygène), la fissure se propage de manière fragile et discontinue.

Après fatigue à 350°C à l'air, les analyses EBSD ont montré la présence de « petits grains » formés par « recristallisation dynamique » locale qui pourrait être attribué à une forte déformation plastique localisée en fond de fissure. Dans l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, ces « petits grains » apparaissent de manière localisée le long des lèvres de la fissure principale.

A partir de ces observations, nous avons proposé un mécanisme d'endommagement par fatigue à l'air et en présence de métal liquide. Le mécanisme de rupture par fatigue de l'acier T91 à l'air peut être décrit de manière classique. Dans les aciers martensitiques, les nombreuses interfaces de la structure martensitique sont des sites préférentiels pour la formation de l'extrusion et de l'intrusion qui sont à l'origine de la microfissure. Les joints de blocs, les joints de paquets et les anciens joints de grains austénitiques agissent comme barrières structurales et conditionnent la croissance de ces microfissures. En présence de l'eutectique Pb-Bi saturé en oxygène, l'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier T91 est complètement modifié. L'influence du métal liquide sur le processus d'amorçage et de propagation par fatigue de la fissure repose sur le contact intime entre les atomes de plomb et/ou de bismuth et le fond de fissure. Après formation des extrusions et intrusions issues de la sollicitation cyclique, la déformation plastique cyclique en surface conduit à la destruction locale de la couche d'oxyde natif de l'acier T91 et permet l'adsorption des atomes de plomb et/ou bismuth sur la surface fraîche. Tant que la fissure demeure de taille réduite (taille inférieure à un ou deux anciens joints de grains austénitiques), la croissance reste lente même si les atomes du métal liquide produisent l'effet Rehbinder diminuant la contrainte de cohésion (modèle SJKW) ou la contrainte de cisaillement (modèle de Lynch). Dès que la longueur de la fissure dépasse la taille de deux anciens joints de grains austénitiques, la fissure est apte à se propager en volume. Le modèle SJKW semble bien adapté pour rendre compte du faciès fragile observé entre

deux stries de fatigue, dû à l'inversion du chargement mécanique. Par ailleurs, les analyses EBSD révèlent que seules des zones très localisées, comprises entre deux stries sont décorées de grains fins. Ces zones témoignent d'un arrêt de la propagation par clivage et de la présence d'une plasticité intense localisée. Une des causes possibles de cet arrêt est l'absence de métal liquide en fond de fissure due à un effet de capillarité. Une autre raison est une oxydation du fond de fissure due à la présence élevée, locale et temporaire d'oxygène. L'avancée de la fissure se produit par clivage cyclique et non par fatigue de manière continue comme à l'air.

L'influence de la vitesse de déformation est liée à la mobilité accrue des dislocations. Le déplacement facilité de matière à la surface de l'acier conduit à une instabilité continue de la couche d'oxyde. Le contact direct acier / métal liquide et donc l'adsorption des atomes de Pb et/ou Bi sont ainsi favorisés.

Le maintien en traction permet l'amorçage de micro-fissures pendant la durée du maintien ce qui stabilise les fissures pré-existantes.

Le mécanisme de fissuration de l'acier T91 à 350°C en présence de l'eutectique Pb-Bi bas taux d'oxygène est très similaire au mécanisme de fissuration en présence de l'eutectique Pb-Pb saturé en oxygène. L'existence de plusieurs fissures à la surface du matériau peut être expliquée par le fait qu'un faible taux d'oxygène limite la reformation d'oxyde et favorise ainsi l'adsorption d'atomes de Pb et Bi et donc la formation et le développement de micro-fissures.

Ce travail ouvre différents questionnements.

- L'observation des petites cavités près des fissures en présence de métal liquide et au niveau des faciès de rupture en présence de l'eutectique Pb-Bi n'a pas été expliquée. Une étude systématique de l'existence et la caractéristique de ces petites cavités en fonction des conditions d'essais pourrait permettre de mieux comprendre leurs conditions d'apparition et donc leur mécanisme de formation.
- L'effet du métal liquide à la surface ; est-ce que le métal liquide est seulement adsorbé au niveau de la surface ou existe-t-il aussi des phénomènes d'absorption ou pénétration. Ce point demande des analyses complémentaires. L'utilisation du ToF-SIMS peut permettre de répondre en partie à cette question. Des analyses sont actuellement effectuées par l'UMET.

REFERENCES

[AGHAJANI-2009] A. Aghajani (2009). Evolution of microstructure during long term creep of tempered martensite ferritic steel. PhD report, Ruhr university of Bochum.

[AUGER-2004] T. Auger, G. Lorang, S. Guérin, J.-L. Pastol, D. Gorse (2004). Effect of contact conditions on embrittlement of T91 steel by lead–bismuth, *Journal of Nuclear Materials*, 335, 227–231.

[AUGER-2008] T. Auger, I. Serre, G. Lorang, Z. Hamouche, D. Gorse, J-B. Vogt (2008). Role of oxidation on LME of T91 steel studied by Small Punch Test, *Journal of Nuclear Materials*, 376, 336-340.

[AUGER-2011] T. Auger, D. Gorse, Z. Hamouche-Hadjem, J. Van den Bosch, G. Coen, A. Almazouzi, A. Hojna, K. Dalikova, F. Di Gabriele, M. Serrano, A. Gessi, P. Agostini, J-B. Vogt, I. Serre (2011). Fracture mechanics behavior of the T91 martensitic steel in contact with liquid lead-bismuth eutectic for application in an accelerator driven system, *Journal of Nuclear Materials*, 415, 293-301.

[BALBAUD-CELERIER-2002] F. Balbaud-Celerier, P. Deloffre, A. Terlain, A. Rusanov (2002). Corrosion of metallic materials in flowing liquid lead-bismuth, *Journal de Physique IV*, 12, 177-190.

[BALBAUD-CELERIER-2013] F. Balbaud-Celerier, L. Martinelli (2013). Phénomènes de corrosion dans les métaux liquides, *Techniques de l'ingénieur*, COR640 V1.

[BAO-TONG-1989] M. A. Bao-Tong, C. Laird (1989). Overview of fatigue behavior in copper single crystals - I. Surface morphology and stage I crack initiation sites for tests at constant strain amplitude, *Acta Metallurgica*, 37(2), 325-336.

[BAUDIN-2010] T. Baudin (2010). Analyse EBSD : Principe de cartographies d'orientation, *Techniques de l'ingénieur*, M 4 138, pp.1-17.

[BENAMATI-2005] G. Benamati, A. Gessi, G. Scaddozzo (2005). Corrosion behaviour of steels and refractory metals in flowing Lead-Bismuth Eutectic at low oxygen activity, *Journal of Materials science*, 49, 2465-2470

[BHADESHIA-2001] H.K.D.H. Bhadeshia (2001). Martensitic transformations, *Encyclopedia of Materials Science and Technology* ISBN 0-08-0431526, pp.5203-5206.

[BORGHAIN-2011] A. Borgohain, B.K. Jaiswal, N.K. Maheshwari, P.K. Vijayan, D. Saha, R.K. Sinha (2011). Natural circulation studies in a lead bismuth eutectic loop, *Progress in Nuclear Energy*, 53, 308-319.

[BOUQUEREL-2015] J. Bouquerel, B. Diawara, A. Dubois, M. Dubar, J.B. Vogt, D. Najjar (2015). Investigations of the microstructural response to a cold forging process of the 6082-T6 alloy, *Materials Design*, 68, 245-258.

[BRACHET-1991] J.C. Brachet (1991). Alliages martensitiques 9Cr-1Mo ; Effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phases et les propriétés mécaniques, Rapport du commissariat à l'énergie atomique CEA-R5581 Saclay.

[BULTEL-2011] H. Bultel (2011). Endommagement par fatigue d'un bimétal acier-Nickel. Université des Sciences et Technologies de Lille.

[CERJAK-1999] H. Cerjak, E. Letofsky (1999). Behaviour of advanced 9-12Cr steels and its weldments in short and long term tests. Advanced heat resistant steel for power generation, San Sebastian, Spain.

[CHERUVU-1988] N.S. Cheruvu (1998). Degradation of mechanical properties of Cr-Mo-V and 2.25Cr-1Mo steel components after long-term service at elevated temperatures, *Metallurgical transactions*, 20A, 87-97.

[COEN-2010] G. Coen, J. Van den Bosch, A. Almazouzi, J. Degrieck (2010). Investigation of the effect of lead-bismuth eutectic on the fracture properties of T91 and 316L, *Journal of Nuclear Materials*, 398, 122-128.

[COUROUAU-2004] J-L. Courouau (2004). Electrochemical oxygen sensors for on-line monitoring in lead-bismuth alloys: status of development, *Journal of Nuclear Materials*, 335, 254-259, 2004.

[DAI-2005] Y. Dai, P. Marmy (2005). Charpy impact tests on martensitic/ferritic steels after irradiation in SINQ target-3, *Journal of Nuclear Materials*, 343(1-3), 247-252.

[DAI-2006] Y. Dai, B. Long, F. Gröeschel (2006). Slow strain rate tensile tests on T91 in static lead-bismuth eutectic, *Journal of Nuclear Materials*, 356, 222-228.

[DAOUD-2013] A. Daoud (2013). Fatigue à haute température des alliages Cu-Al₂O₃ utilisés pour les absorbeurs de photons. Université des Sciences et Technologies de Lille.

[DELOFFRE-2002] P. Deloffre, A. Terlain, F. Barbier (2002). Corrosion and deposition of ferrous alloys in molten lead-bismuth, *Journal of Nuclear Materials*, 301, 35-39.

[DIOP-2009] I. Diop, N. David, J-M. Fiorani, R. Podor, M. Vilasi (2009). Experimental Investigations and Thermodynamic Description of the PbO-Bi₂O₃ System, *The journal of chemical Thermodynamics*, 41, 420-432.

[EBI-1984] G.G. Ebi, A.J. McEvily (1984). Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 7(14), 299-314.

[FERNANDES-1994] P.J.L. Fernandes, R.E. Clegg, D.R.H. Jones (1994). Failure by Liquid Metal Induced Embrittlement, *Engineering Failure Analysis*, 1-1, 51-63

[FERNANDES-1997] P. J. L. Fernandes, D. R. H. Jones (1997). The effects of microstructure on crack initiation in liquid metal environments, *Engineering failure analysis*, 4, 195-204

[FUJITA-2000] T. Fujita, (2000). Materials for future power plants. *Advanced materials and processes*, 55-58.

[GANESAN-2008] R. Ganesan, T. Gnanasekaran, Raman S. Srinivasa (2008). Standard molar Gibbs energy of formation of $Pb_5Bi_8O_{17}$ and $PbBi_{12}O_{19}$ and phase diagram of the Pb-Bi-O system, *Journal of Nuclear Materials*, 375, 229-242, 2008.

[GONG-2015] X. Gong, P. Marmy, B. Verlinden, M. Wevers, M. Seefeldt (2015). Low cycle fatigue behavior of a modified 9Cr–1Mo ferritic–martensitic steel in lead–bismuth eutectic at 350 °C – Effects of oxygen concentration in the liquid metal and strain rate, *Corrosion Science*, 94, 337-391.

[GORDON-1982] P. Gordon, H.H. An (1982). The mechanisms of crack initiation and crack propagation in metal-induced embrittlement of metals, *Metallurgical Transactions A*, 13, 457-472.

[GORSE-2011] D. Gorse , T. Auger, J.-B. Vogt, I. Serre, A. Weisenburger, A. Gessi, P. Agostini, C. Fazio, A. Hojna, F. Di Gabriele, J. Van Den Bosch, G. Coen, A. Almazouzi, M. Serrano (2011). Influence of liquid lead and lead–bismuth eutectic on tensile, fatigue and creep properties of ferritic/martensitic and austenitic steels for transmutation systems, *Journal of Nuclear Materials*, 415, 284–292.

[HAMDANE-2012] O. Hamdane (2012). Etude des mécanismes de plasticité et d'endommagement de l'acier martensitique T91 en présence de sodium liquide. Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, Numéro d'ordre : 40970.

[HAMOUCHE-2008] Z. Hamouche (2008). Etude de la fragilisation des aciers T91 et 316L par l'eutectique Plomb-Bismuth. Thèse de l'université Paris XII – Val de marne.

[HANDBOOK-2015] Handbook on Lead-Bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies (2015). NEA n° 7268, OECD 2015.

[HUMPHREYS-2004] F.J. Humphreys, M. Hatherly (2004). Recrystallization and related annealing phenomena, 2nd edition Elsevier.

[IAEA-2002] IAEA (2002), Comparative assessment of thermophysical and thermohydraulic characteristics of lead, lead-bismuth and sodium coolants for fast reactors, IAEA-TECDOC- 1289.

[JONES-1991] W.B. Jones, C..R Hills, D.H Polonis (1991). Microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo steel. Metallurgical transactions A, 22(5), 1049-1058.

[JOSEPH-1998] B. Joseph (1998). Fragilisation du cuivre par le bismuth liquide : Etude cinétique et mécanisme. Thèse de doctorat de l'université Paris 11-Orsay.

[JOSEPH-1999] B. Joseph, M. Picat, F. Barbier (1999). Liquid Metal Embrittlement: A state-of-the-art appraisal, The European Physical Journal Applied Physics, 5, 19-31.

[KALKHOF-2003] D. Kalkhof, M. Grosse (2003). Influence of PbBi environment on the low-cycle fatigue behavior of SNS target container materials, Journal of Nuclear Materials, 318, 143-150.

[KAMDAR-1973] M.H. Kamdar (1973). Embrittlement by liquid metals, Progress in Materials Science 15(4), 289-374.

[KANNAN-2009] R. Kannan, R. Sandhya, V. Ganesan, M. Valsan, K. Bhanu Sankara Rao (2009). Effect of sodium environment on low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic martensitic steel, Journal of Nuclear Materials, 384, 286-291.

[KANNAN-2011] R. Kannan, V. Ganesan, K. Marappan, G. Sukumaran, R. Sandhya, M.D. Mathew, K. Bhanu Sankara Rao (2011). Influence of dynamic sodium environment on the creep-fatigue behaviour of modified 9Cr-1Mo ferritic-martensitic steel, Nuclear Engineering and Desing, 241, 2807-2817.

[KELLER-2010] C. Keller, M.M. Margulies, Z. Hadjem-Hamouche, I. Guillot (2010). Influence of the temperature on the behaviour of a modified 9Cr-Mo T91 martensitic steel, Materials science and engineering, 527, 6758-6764.

[KIM-1988] S. Kim, J.R. Weertman (1988). Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue, Metallurgical Transactions A, 19A, 999-1007.

[KITAHARA-2006] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino (2006). Crystallographic features of lath martensite in low-carbon Steel, *Acta Materialia*, 54, 1279-1288.

[LAPORTE-2005] V. Laporte (2005). Pénétration intergranulaire fragilisante du cuivre par le bismuth liquide : identification de la cinétique et du mécanisme de type diffusionnel entre 300 et 600°C. Thèse de doctorat de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, Numéro d'ordre : 362 TD.

[LEAUX-2012] F. Leaux (2012). Relation entre microstructure et fatigue d'un acier ferritique utilisé dans l'industrie automobile : élaboration d'indicateurs d'endommagement. Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille.

[LEGRIS-2000] A. Legris, G. Nicaise, J. B. Vogt, J. Foct, D. Gorse, and D. Vançon (2000), Embrittlement of a martensitic steel by liquid lead, *Scripta Materialia*, 43 (11), 997-1001.

[LEGRIS-2002] A. Legris, G. Nicaise, J-B. Vogt, J. Foct (2000). Liquid metal embrittlement of the martensitic steel 91: influence of the chemical composition of the liquid metal: Experiments and electronic structure calculations, *Journal of Nuclear Materials*, 301 (1), 70-76.

[LESUEUR-2002] C. Lesueur, D. Chatain, C. Bergman, P. Gas, F. Baque (2002). Analysis of the stability of native oxide films at liquid lead/metal interfaces, *Journal de Physique IV*, 12, 155-162.

[LONG-2008] B. Long, Z. Tong, F. Gröschel, Y. Dai (2008). Liquid Pb-Bi embrittlement effects on the T91 steel after different heat treatments, *Journal of Nuclear Materials*, 377, 219-224.

[LYNCH-1989] S. P Lynch (1989). Metallographic contributions to understanding mechanisms of environmentally assisted cracking, *Metallography*, 23, (2), 147-171.

[MARIE-2003] N. Marié, K. Wolski, M. Biscondi (2003). Intergranular penetration and embrittlement of solid nickel through bismuth vapour condensation at 700°C, *Journal of Nuclear Materials*, 296, 282-288.

[MARTINELLI-2005] L. Martinelli, F. Balbaud-Celerier, S. Bosonnet, A. Terlain, G. Santarini, S. Delpech, G. Picard (2005). High temperature oxidation of Fe-9Cr steel in stagnant Pb-Bi, proceeding of EuroCorr2005, Lisboa, 4-8 septembre, EFC event n°273, paper 389.

[MASSALSKI-1990] T.B. Massalski (1990). Binary alloy phase diagrams (2nd edition), ASM international 1990.

[MOITRA-2004] A. Moitra, P. R. Sreenivasan, S. L. Mannan, V. Singh (2004). Ductile-Brittle Transition Temperatures and Dynamic Fracture Toughness of 9Cr-1Mo Steel. *Metallurgical and materials transactions*, 36A, 2957-2965.

[MUGHRABI-2006] H. Mughrabi (2006). Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 28, 1501-1508.

[NAGESHA-2002] A. Nagesha, M. Valsan, R. Kannan, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel, *International Journal of Fatigue*, 24(12), 1285-1293.

[NEINDRE-1993] B.L. Neindre (1993). Tensions superficielles et interfaciales. *Techniques de l'ingénieur*, K475.

[NICAISE-2001] G. Nicaise (2001). Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides. Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille.

[NICHOLAS-1979] M. G. Nicholas, C. F. Old (1979). Liquid metal embrittlement, *Journal of Materials Science*, 14, 1-18.

[ORR-1992] J. Orr, D. Burton, C. Rasche (1992). The sensitivity of microstructure and mechanical properties of steel 91 to initial heat treatments, in proceeding of the The

manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries 1992, Dusseldorf, ECSC, 1-9.

[PARK-2001] J.S. Park, S. J. Kim, C. S. Lee (2001). Effect of W addition on the low cycle fatigue behavior of high Cr ferritic steels, *Materials Science and Engineering*, A298, 127-136.

[POLAK-2014] J. Polák, J. Man (2014). Mechanisms of extrusion and intrusion formation in fatigued crystalline materials. *Materials Science & Engineering*, A596, 15–24.

[RAJ-2004] B. Raj, B. K. Choudhary, R. K. Singh Raman (2004). Mechanical properties and non-destructive evaluation of chromium-molybdenum ferritic steels for steam generator application. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 81(6), 521-534.

[RASCHE-1992] C. Rasche, W. Bendick, J. Orr (1992). Physical properties, transformation behaviour and microstructure of grade T91. *The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries*, Dusseldorf.

[SCHAYES-2016] C. Schayes, J-B. Vogt, J. Bouquerel, F. Palleschi, S. Zaefferer (2016). Cyclic plasticity mechanism of the M330-35A, *International Journal of Fatigue*, 82, 530–539.

[SCHIJVE-2001] J. Schijve (2001). *Fatigue of Structures and Materials*. Kluwer Academic Publishers.

[SEIDAMETOVA-2017] G. Seidametova, J.B. Vogt, I Proriol (2016). AFM Study of Microstructure Role in the Cyclic Plasticity of Martensitic Steel, *Solid State Phenomena*, 258, 444 - 447.

[SENIOR-1986] B.A. Senior, F.W. Noble, B.L. Eyre (1986). The nucleation and growth of voids at carbides in 9Cr-1Mo steel. *Acta metallurgica*, 34(7), 1321-1327.

[SERRE-2007] I. Serre, J-B. Vogt (2007). Liquid metal embrittlement of T91 martensitic steel evidenced by small punch test, *Nuclear Engineering and Design*, 237, 677-685.

[SERRE-2008] I. Serre, J-B. Vogt (2008). Heat treatment effect of T91 martensitic steel on liquid metal embrittlement, *Journal of Nuclear Materials*, 376, 330-335.

[SHANKAR-2004] V. Shankar, M. Valsan, R. Kannan, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan (2004). Low cycle fatigue behavior of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. International symposium of research students on materials science and engineering, 20-22 December 2004, Chennai, India.

[SHORT-2010] M.P. Short, S. Morton, S.E. Ferry, R.G. Ballinger (2010). Diffusional stability of ferritic-martensitic steel composite for service in advanced lead-bismuth cooled nuclear reactors, *International heat treatment and surface engineering*, 4,74-80.

[STOLOFF-1963] N. S. Stoloff, T. L. Johnston (1963). Crack propagation in a liquid metal environment, *Acta metallurgica*, 11, 251-256.

[SWINDEMAM-2004] R.W. Swindeman, M. L. Santella, P. J. Maziasz, B. W. Roberts and K. Coleman (2004). Issues in replacing Cr-Mo steels and stainless steels with 9Cr-1Mo- V steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 81(6), 507-512.

[TOTTEN-2006] G.E. Totten (2006). *Steel heat treatment Handbook*, second edition by Taylor and Francis group, ISBN 0-8493-8455-9.

[VERLEENE-2005] A. Verleene (2005). Comportement en fatigue de l'acier T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide, Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille.

[VERLEENE-2006] A. Verleene., J.B.Vogt, I. Serre, A. Legris (2006). Low cycle fatigue behaviour of T91 martensitic steel at 300°C in air and in liquid lead bismuth eutectic. *International Journal of Fatigue*, 28(8), 843-851.

[VIVIER-2009] F. Vivier (2009). Fluage à 500 °C d'un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié, évolution de la microstructure et comportement mécanique, Thèse de l'institut national de sciences appliquées.

[VOGT-2004] J-B. Vogt, A. Verleene, I. Serre, A. Legris (2004). Mechanical behavior of the T91 martensitic steel under monotonic and cyclic loadings in liquid metals. *Journal of Nuclear Materials*, 335(2), 222-226.

[VOGT-2007] J-B. Vogt, A. Verleene, I. Serre, F. Balbaud-Célérier, L. Martinelli, A. Terlain (2007). Understanding the liquid metal assisted damage sources in the T91 martensitic steel for safer use of ADS, *Engineering Failure Analysis*, Volume 14, 1185-1193.

[VOGT-2013] J-B. Vogt, I. Serre (2013). Fatigue behaviour of a martensitic and an austenitic steel in heavy liquid metals. *Procedia Engineering*, 55, 812-818.

[WEINSENBURGER-2008] A. Weisenburger, A. Heinzl, C. Fazio, G. Müller, V.G. Markow, A.D. Kastanov (2008). Low cycle fatigue tests of surface modified T91 steel in 10^{-6} wt% oxygen containing $Pb_{45}Bi_{55}$ at 550°C. *Journal of Nuclear Materials*, 377, 261-267.

[WRIGHT-2011] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field (2011). A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and microanalysis*, 17, 316-329.

[YE-A-2014] C. Ye (2014). Fragilisation de l'acier martensitique t91 par l'eutectique liquide plomb-bismuth Lille, Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, Numéro d'ordre : 41462.

[YE-B-2014] C. Ye, J-B. Vogt, I. Proriol Serre (2014). Liquid metal embrittlement of the T91 steel in lead bismuth eutectic: The role of loading rate and of the oxygen content in the liquid metal, *Materials Science and Engineering: A*, 608, 242-248.

[ZHANG-2014] X. Zhang, Z. Han, H. Luo, J. Lv (2014). Evolution of microstructures and texture in the surface layer of copper during burnishing process, *Materials Science and Technology*, 30, 1742-1750.

ANNEXE

Mesure de l'oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi

La teneur en oxygène dissous dans l'eutectique Pb-Bi liquide a été mesurée par un capteur d'oxygène (Figure A.1) qui consiste en un tube à zirconium stabilisé à l'yttrium (YSZ) fermé à l'extrémité en tant qu'électrolyte solide, et qui contient un mélange de Bi / Bi₂O₃ comme électrode de référence. L'eutectique Pb-Bi liquide, dans lequel le tube est immergé, sert comme autre électrode.

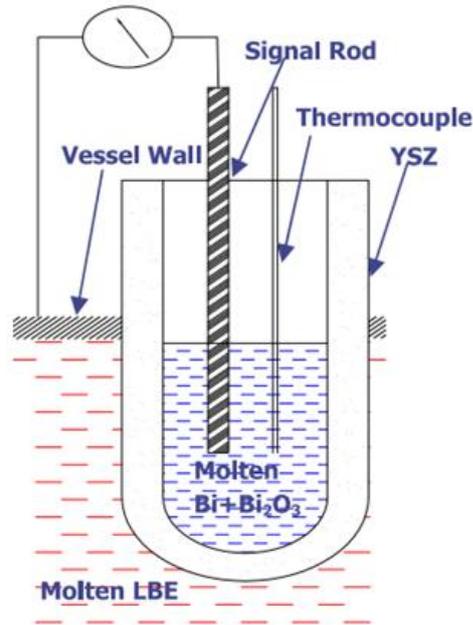


Figure A.1 La sonde d'oxygène (YSZ) [BORGOHAIN-2011].

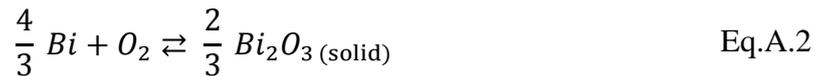
Le concept du capteur est basé sur la méthode de mesure potentiométrique à courant nul pour la cellule galvanique constituée de (1) un électrolyte solide: zircon dopée avec de l'yttrium, (2) l'électrode de référence (Bi / Bi₂O₃), (3) l'électrode de travail (Pb-Bi / PbO). La céramique de zircon stabilisée à l'yttrium (YSZ), qui conduit spécifiquement des ions d'oxygène, sépare deux milieux qui présentent différentes activités d'oxygène: une force électromotrice (emf) est ensuite formée à travers l'électrolyte solide. Si l'un des milieux est défini comme référence (dans notre cas Bi / Bi₂O₃), afin de maintenir constante la pression partielle d'oxygène à une valeur définie, l'emf est une fonction de l'activité d'oxygène dans l'autre milieu.

En supposant une conduction ionique pure dans l'électrolyte solide et en supposant que tous les transferts aux différentes interfaces développées dans la cellule électrochimique sont réversibles, la relation Nernst donnant l'emf théorique, notée E_{th} , peut être écrite sous

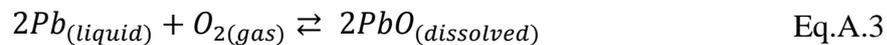
la forme de l'équation Eq.A.1, avec E_{th} en Volts, R la constante des gaz parfaits (8.31441 J / mol / K), F la constante de Faraday (96484.6 C / mol), T la température (Kelvin) et P_{O_2} la pression partielle d'oxygène dans l'alliage de plomb.

$$E_{th} = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P_{O_2(\text{reference})}}{P_{O_2}} \quad \text{Eq.A.1}$$

La pression partielle d'oxygène de la référence, $P_{O_2(\text{reference})}$, est définie par la réaction suivante:



La pression partielle d'oxygène dans l'alliage de plomb liquide est donnée par l'équilibre thermodynamique du monoxyde de plomb, considérant que c'est l'oxyde le plus stable dans l'eutectique du plomb-bismuth (Pb-Bi).



Après développements et calculs [HANDBOOK-2015], ces relations permettent de tracer le diagramme E vs T (Figure A.2), qui sont utiles non seulement pour la conversion du potentiel mesuré à partir de la sonde en taux d'oxygène présent dans le métal liquide mais aussi pour l'étalonnage de la sonde. A la Figure A.2, les lignes d'iso-concentration d'oxygène sont indiquées, ainsi que la saturation de PbO et les lignes de stabilité de Fe_3O_4 pour une activité de fer d'un, l'oxyde de fer étant stable en dessous de la ligne.

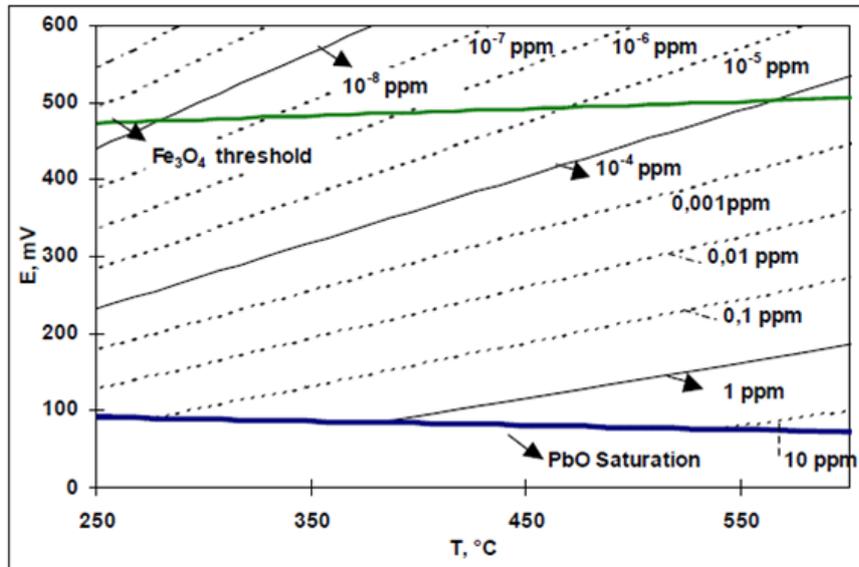


Figure A.2 : Diagramme E - T pour la lecture du capteur d'oxygène dans l'eutectique Pb-Bi [HANDBOOK-2015].

En raison des propriétés de conduction de l'électrolyte (la céramique), de l'influence de la réaction de l'interface électrolyte / électrolyte (Pb-Bi / Zirconium), et de l'irréversibilité des cellules à faible teneur en oxygène, l'équation théorique peut être considérée mais, il est nécessaire de calibrer et de vérifier la valeur donnée par la sonde d'oxygène.

Les sondes d'oxygène utilisées dans ce travail de thèse ont été calibrées par le CEA (Commissariat à l'énergie atomiques et aux énergies alternatives). Les équations utilisées Eq.A.4, Eq.A.5 ont déterminées par JL. Courouau du CEA-Saclay et donnent la tension mesurée E (en mV) par rapport à la température (en K) en fonction de la teneur en oxygène dissous dans Pb-Bi liquide, dans le cas de la saturation en oxygène (2.32) et si la teneur en oxygène est inférieure à la teneur de saturation en oxygène (2.33).

$$E_{saturation} = 1000 \times (0.11975905 - 5.389 \times 10^{-5} \times T) \quad \text{Eq.A.4}$$

$$E = 1000 \times (-0.3229 + 2.287 \times 10^{-4} \times T - 4.309 \times 10^{-5} \times T \ln(O\%)) \quad \text{Eq.A.5}$$

La tension E correspond à la différence de potentiel entre l'électrode de référence Bi_2O_3 et le métal liquide. En pratique, on a mesuré la différence entre le réservoir 2 et un fil conducteur en contact avec l'électrode de référence. De plus, nous avons vérifié la sonde d'oxygène en déterminant les valeurs pour différentes températures dans le cas de la saturation en oxygène. Le résultat de la vérification testée pour l'eutectique Pb-Bi liquide saturé en oxygène est illustré à la Figure A.3, similaire à celle de la littérature (Figure A.2).

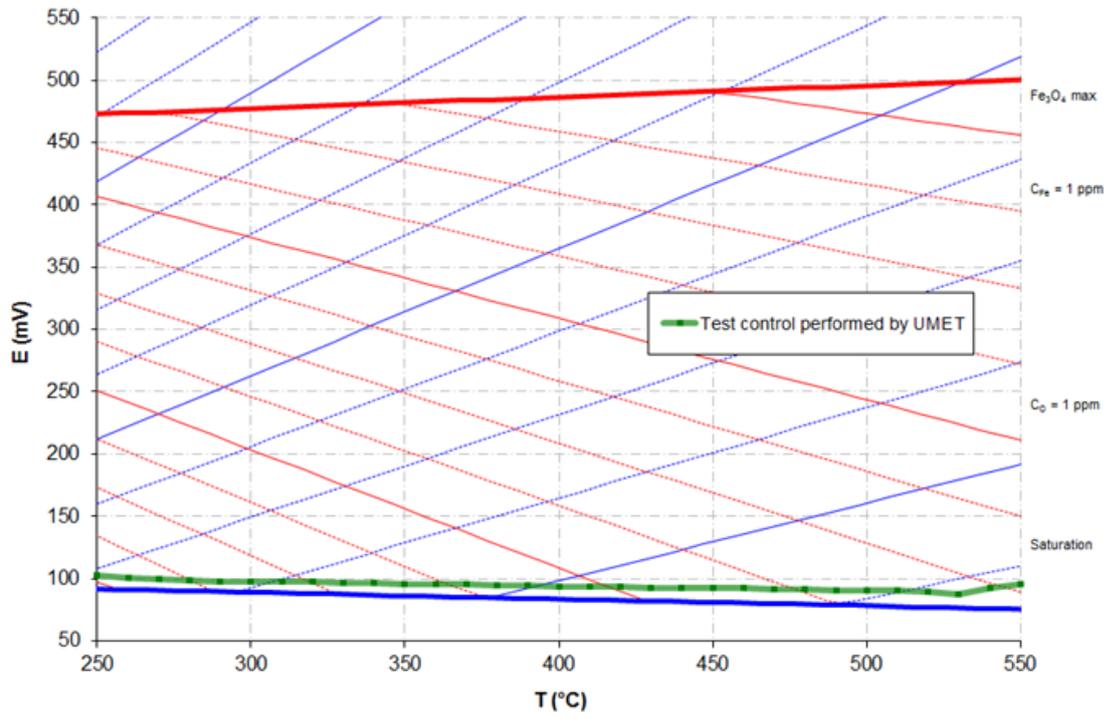


Figure A.3 : Variation de la force électromotrice E (mV) du capteur d'oxygène avec température dans l'eutectique Pb-Bi liquide.

RESUME

L'objectif de cette étude est d'aboutir à une meilleure compréhension du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier martensitique T91 à 350°C en présence de l'eutectique Pb-Bi liquide. L'effet de la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, de la température d'essai, de la vitesse de déformation et d'un maintien en traction a été analysé.

Un dispositif expérimental permettant la réalisation d'essais de fatigue oligocyclique avec contrôle de la déformation totale dans l'eutectique Pb-Bi liquide à bas taux d'oxygène (10^{-7} - 10^{-9} % massique) dissous a été conçu spécialement pour ce travail.

Toutes les durées de vie mesurées en présence de l'eutectique Pb-Bi sont systématiquement plus faibles que celles mesurées à l'air, notamment à déformation importante. La présence de l'eutectique Pb-Bi réduit la densité de fissures courtes et modifie le mode de propagation de la fissure longue. Un faciès de rupture fragile marqué de stries en milieu Pb-Bi remplace le faciès à stries ductiles observé à l'air. Dans notre étude, la diminution de la teneur moyenne en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi a produit un effet tantôt neutre, tantôt néfaste en raison de sa concentration locale supposée variable. Une vitesse de déformation faible est un facteur aggravant.

Nous pensons que le glissement répété détruit en surface la couche d'oxyde natif permettant l'adsorption d'atomes Pb et/ou Bi sur les extrusions et intrusions. Les modèles basés sur la réduction locale de la contrainte de cisaillement et sur la réduction de la cohésion semblent rendre compte de l'effet de l'eutectique Pb-Bi sur la croissance des fissures surfaciques et en volume.

Mots clé : Acier martensitique T91, métaux liquides lourds, plasticité localisée, fragilisation par les métaux liquides, mécanismes d'endommagement, fractographie, fissures courtes/fissures longues, effet Rehbinder.

ABSTRACT

The goal of this study is a better understanding of the Low Cycle Fatigue (LCF) behaviour and of the fatigue damage mechanism of the martensitic T91 steel at 350°C and in liquid lead-bismuth eutectic (LBE). The effect of the dissolved oxygen content in the LBE, the LCF test temperature, the strain rate and a tension holding has been investigated.

A specific set-up has been designed to perform strain controlled LCF tests in liquid LBE at low oxygen content (10^{-9} wt %).

For all tested conditions, the LCF lifetime was reduced in presence of LBE in comparison with tests in air, especially at high strain range. The presence of LBE promoted a reduction of the density of short cracks and modified the fatigue propagation mode of long crack. In air, the fracture surface was covered with ductile fatigue striations while it was brittle in LBE. Furthermore, decreasing oxygen content in LBE either did not play any effect or resulted in a harmful effect because of the likely local variation of oxygen content. Moreover, a low strain rate appeared to be a critical factor.

We suggest that the localized and alternative strain in the emerging slip bands destroys the protective native oxide layer allowing the adsorption of Pb and/or Bi atoms at the surface of the extrusions and the intrusions. Models based on the reduction of the shear stress and on the reduction of the cohesion seem to explain the LBE effect on the growth rate of both surface and bulk cracks.

Keywords: T91 martensitic steel, heavy liquid metals, localized plasticity, liquid metal embrittlement, damage mechanisms, fractography, short cracks / long cracks, Rehbinder effect.

RESUME

L'objectif de cette étude est d'aboutir à une meilleure compréhension du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement par fatigue oligocyclique de l'acier martensitique T91 à 350°C en présence de l'eutectique Pb-Bi liquide. L'effet de la teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, de la température d'essai, de la vitesse de déformation et d'un maintien en traction a été analysé.

Un dispositif expérimental permettant la réalisation d'essais de fatigue oligocyclique avec contrôle de la déformation totale dans l'eutectique Pb-Bi liquide à bas taux d'oxygène (10^{-7} - 10^{-9} % massique) dissous a été conçu spécialement pour ce travail.

Toutes les durées de vie mesurées en présence de l'eutectique Pb-Bi sont systématiquement plus faibles que celles mesurées à l'air, notamment à déformation importante. La présence de l'eutectique Pb-Bi réduit la densité de fissures courtes et modifie le mode de propagation de la fissure longue. Un faciès de rupture fragile marqué de stries en milieu Pb-Bi remplace le faciès à stries ductiles observé à l'air. Dans notre étude, la diminution de la teneur moyenne en oxygène dans l'eutectique Pb-Bi a produit un effet tantôt neutre, tantôt néfaste en raison de sa concentration locale supposée variable. Une vitesse de déformation faible est un facteur aggravant.

Nous pensons que le glissement répété détruit en surface la couche d'oxyde natif permettant l'adsorption d'atomes Pb et/ou Bi sur les extrusions et intrusions. Les modèles basés sur la réduction locale de la contrainte de cisaillement et sur la réduction de la cohésion semblent rendre compte de l'effet de l'eutectique Pb-Bi sur la croissance des fissures surfaciques et en volume.

Mots clé : Acier martensitique T91, métaux liquides lourds, plasticité localisée, fragilisation par les métaux liquides, mécanismes d'endommagement, fractographie, fissures courtes/fissures longues, effet Rehbinder.