

UNIVERSITE DE LILLE I

THESE

présentée par

Philémon NOGNING KAMTA

pour l'obtention du

TITRE DE DOCTEUR EN MECANIQUE DES SOLIDES,
DES MATERIAUX, DES STRUCTURES ET DES SURFACES

intitulée

**Recherche d'un critère de sensibilité au fluage et à la
relaxation par indentation de divers aciers au chrome**

Soutenue le **8 Décembre 2017** devant le jury d'examen :

Directeur : **Didier CHICOT**, Professeur, Université de Lille I
Co-encadrant : **Matthieu TOUZIN**, Maître de Conférences, Université de Lille I
Rapporteurs : **Éric LE BOURHIS**, Professeur, Université de Poitiers
Hervé PELLETIER, Professeur, INSA de Strasbourg
Membres : **Thierry COOREVITS**, Maître de Conférences, ENSAM CR Lille
Corinne NOUVEAU, Maître de Conférences HDR, ENSAM CR Cluny
Mariana STAIA, Professeur, Université de Caracas (Venezuela)
Invités : **Ghislain LOUIS**, Enseignant/Chercheur Mines de Douai
Alex MONTAGNE, Maître de Conférences, ENSAM CR Lille

Laboratoire :

Laboratoire de Mécanique de Lille – FRE 3723

Boulevard Paul Langevin

59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

RESUME :

Le comportement en fluage et à la relaxation d'aciers au chrome est étudié par indentation instrumentée, ce qui permet de solliciter le matériau dans des conditions de chargement proches de celles des essais classiques. L'objectif principal n'est pas ici de se substituer à eux mais de proposer un classement des matériaux selon leur sensibilité en fluage / relaxation par indentation.

Pour cela, nous déterminons, d'abord à température ambiante, les conditions optimales d'indentation en termes de temps de maintien, de charge de maintien, de vitesse de chargement et de forme de l'indenteur. La méthodologie proposée est appliquée ensuite à plus hautes températures jusqu'à 400 °C (limitation de l'instrument).

A température ambiante, le coefficient de sensibilité à la contrainte obtenu correspond à la valeur extrapolée à température ambiante des données obtenues par fluage classique à hautes températures. Malheureusement, cette corrélation n'est pas vérifiée par indentation à chaud probablement à cause de la dérive thermique subie par l'instrument. Le comportement en relaxation par indentation a également été étudié à température ambiante. Nous proposons deux méthodes analytiques permettant de déterminer le coefficient d'homothétie défini dans la théorie de Hart. L'inverse de ce coefficient, déduit de la relaxation par indentation, est comparable au coefficient de sensibilité à la contrainte déterminé par fluage, ce qui permet de comparer les deux modes de sollicitation. Malgré les difficultés expérimentales rencontrées, nous proposons un classement des matériaux selon leur sensibilité au fluage.

MOTS CLES :

Microindentation, Macroindentation, Fluage, Relaxation, Modélisation.

TITLE OF THE THESIS:

Toward a criterion for characterizing creep and relaxation by indentation of various based-chromium steels

ABSTRACT:

The creep and relaxation behaviors of based-chromium steels are studied by instrumented indentation, which allows the application of loading conditions close to those of conventional tests to the material. The main objective here is not to substitute the classical tests by the indentation one, but to give a classification of materials according to their sensitivity in creep/relaxation by indentation.

For that, we first determine at room temperature the optimum conditions of indentation in terms of holding time, indentation loading, the unloading and loading rates and indenter shape. The proposed methodology is afterwards applied at higher temperatures below 400 °C due to instrument limitation.

At room temperature, we obtained the stress sensitivity exponent that corresponds to the extrapolated value at ambient temperature of data obtained by classical creep tests performed at high temperatures. Unfortunately, this correlation is not obtained by indentation at higher temperatures probably due to thermal drift of the instrument. We have also studied at room temperature the behavior in relaxation by indentation. We propose two analytical methods for determining the coefficient of scale defined in Hart's theory. The interest of this coefficient inferred from the relaxation by indentation is that its inverse is comparable to the stress sensitivity exponent determined by indentation creep, which allows to compare these two modes of sollicitation. Despite the experimental difficulties encountered, we propose a classification of the tested materials according to their creep sensitivity.

KEYWORDS :

Microindentation, Macroindentation, Creep, Relaxation, Modeling.

- Remerciements -

Cette thèse est le fruit d'un travail réalisé dans un contexte de régionalisation autour de l'indentation en réunissant des moyens expérimentaux et compétences de plusieurs laboratoires (Laboratoire de Mécanique de Lille, L'Unité Matériau et Transformation, l'Ecole des Mines de Douai et École Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Lille). Durant ces trois dernières années, j'ai rencontré plusieurs personnes qui m'ont permis, de prêt ou de loin, d'arriver au bout de ce travail. A ces personnes je dis un grand MERCI.

Mes premiers remerciements vont à l'endroit de mon directeur de thèse Didier CHICOT pour avoir cru en moi et de m'avoir donné l'opportunité de travailler sur ce sujet. Il a été pour moi plus qu'un directeur de thèse. Ses encouragements, ses conseils précieux, sa grande gentillesse, sa patience, sa disponibilité, sont autant de facteurs qui m'ont permis de mener à bout ce travail. Du fond du cœur, je lui dis un grand merci pour tout.

Si ce travail a pu voir le jour, c'est également grâce à l'encadrement de qualité dont j'ai pu bénéficier de Matthieu TOUZIN, Francine ROUDET et Ghislain LOUIS. J'aimerais les remercier tout particulièrement pour leur grande disponibilité durant ces trois années. Merci pour vos conseils techniques et scientifiques et aussi votre grand soutien moral durant la rédaction de ce manuscrit.

Je tiens à adresser un merci particulier à Éric LE BOURHIS et Hervé PELLETIER pour avoir accepté de juger ce travail de thèse. Un grand merci également à Thierry COOREVITS, Corinne NOUVEAU, Mariana STAIA, et Alex MONTAGNE pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

J'aimerais adresser mes plus vifs remerciements aux personnes qui m'ont apporté leurs compétences, leur savoir-faire, ou qui m'ont tout simplement consacré un peu de leur temps. Ainsi, je remercie très sincèrement le Professeur Alain IOST, Thierry COOREVITS, Franck BECLIN et Damien BETRANCOURT.

Je souhaite remercier Madame Catherine DURIEZ, chef du département de génie mécanique et productique de l'IUT A de Lille, pour m'avoir accueilli au sein de son département et m'avoir ainsi permis d'effectuer du monitorat d'enseignement durant ma thèse. Je remercie également Ion-Cosmin GRUESCU, Nouredine BENSEDDIQ, Xavier DECOOPMAN et Stéphane MEILLIEZ pour les moments passé à L'IUT, leurs conseils et surtout leurs encouragements pendant la rédaction de ce manuscrit.

Je tiens à remercier chaleureusement Stephania KOSSMAN, Alberto MEJIAS, Mohammed BOUCHELARD et Geovana DRUMOND avec qui j'ai passé de très bons moments au laboratoire et

en dehors.

Je remercie également les enseignants chercheurs du laboratoire de sciences des matériaux de l'Université de Yaoundé 1. Particulièrement les Professeurs Jean Marie NDJAKA, Serge ZEKZNG et Fidèle TCHOFFO pour leurs conseils.

J'adresse un remerciement particulier à Sylvia POKAM, Frédéric NGONO, Yvan NGASSA, Ingrid EYANGO, Fanie MEKUE, Danielle LIEUGOP, Eric-Donald DOGMO, Steve Cloriant MBA pour leur amitié et leur soutien indéfectible. Sans oublier Samira NSONFACK. Il est sûr que j'oublie certaines personnes... qu'ils m'en excusent. Trois années m'ont permis de rencontrer beaucoup de personnes, qui ont toutes eu un rôle dans ma vie et par conséquent dans la construction de ce travail. Ils se reconnaîtront.

Un merci particulier à ma chère Stéphane SIMO pour le soutien, les encouragements et l'amour qu'elle m'a apportés durant ces années de thèse.

Je remercie également mes amis et membres de l'association GECLI pour la confiance qu'ils m'ont témoignée et pour les deux années passé à la tête de l'association. Cela a été une expérience très enrichissante.

Je souhaite remercier Achille MELINGUI, Thierry OTOU et Michel YETNA pour leurs différents conseils et soutiens.

Toute ma gratitude au Professeur Michel FOULON qui est une personne exceptionnelle. Merci pour ton aide tes conseils et pour toute l'expérience que j'ai acquise au cours des différents projets que nous avons réalisés et que nous continuons de réaliser.

Un grand MERCI à toute ma famille, surtout papa Maurice KONLACK et son épouse maman Claudine DESSAP pour leur encadrement et leur soutien. Merci à mes frères et sœurs, je vous aime tous. Mes chaleureux remerciements à ma tendre et chère mère Louise MOFFO pour son amour inconditionnel. Maman, merci pour tous tes efforts et sacrifices depuis le décès de papa.

Ce travail est dédié à la mémoire de mon père feu Maurice KAMTA, décédé très tôt (bientôt 12 ans), il n'a pas eu la chance de voir son fils terminer ses études. J'ai toujours pris en compte les conseils qu'il me prodiguait dans ma tendre enfance. J'espère que, du monde qui est sien maintenant, il est fier de l'homme que je suis aujourd'hui.

- Liste des abréviations –

- σ : Contrainte
- ε : Déformation
- $\varepsilon_0 = \varepsilon_t$: Déformation initiale ou déformation totale
- $\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation
- Q : énergie d'activation
- T : Température
- T_f : Température de fusion
- R : constante des gaz parfait
- n : coefficient de sensibilité à la contrainte
- σ_s : contrainte de cisaillement
- G : module de cisaillement
- l : taille de l'obstacle
- $|b|$: norme du vecteur de Burgers
- D_v : coefficient de diffusion en volume
- k : constante de Boltzmann
- D_{eff} : coefficient de diffusion en volume
- D_c : coefficient de diffusion des cœurs
- f_v et f_c : Fractions des sites atomiques associés à chaque type de diffusion
- Q_{SD} : Energie d'activation d'autodiffusion
- Q_{CD} : Energie d'activation de la dislocation par diffusion des cœurs
- PLM : Paramètre de Larson-Miller
- t_r : Temps à la rupture
- PSD : Paramètre de Sherby-Dorn
- PMH : Paramètre de Manson-Haferd
- $\dot{\varepsilon}_m$: Vitesse minimale de fluage
- ε_f : Déformation à la rupture
- λ' : Facteur de tolérance de l'endommagement au fluage

- σ_0 : Contrainte initiale de relaxation
- ε_p : Déformation plastique
- ε_e : Déformation élastique
- σ_i : Contrainte interne
- σ_e : Contrainte effective
- E : Module d'élasticité
- $\dot{\varepsilon}_p$: Vitesse de déformation plastique
- $\dot{\varepsilon}_e$: Vitesse de déformation élastique
- ρ_m : Densité de dislocations mobiles
- \bar{v} : Vitesse moyenne de mouvement des dislocations
- ΔG_0 : Energie d'activation correspondant à une contrainte nulle
- V^* : Volume d'activation
- f : Paramètre de fréquence
- $\dot{\varepsilon}^*$: Paramètre dépendant de la vitesse de déformation
- σ^* : Paramètre de dureté
- H : Dureté
- P : Charge appliquée (N)
- A_c : Aire projeté du contact élastique
- S : Pente de la partie supérieure de la courbe de décharge
- ν : Coefficient de poisson
- E_i : Module d'élasticité de l'indenteur
- ν_i : Coefficient de poisson de l'indenteur
- E_r : Module réduit
- P_{max} : Charge maximale
- h : Déplacement de l'indenteur dans l'échantillon
- h_{max} : Déplacement maximal
- h_0 : Déplacement au début du fluage
- C : Constante de Tabor
- $\dot{\varepsilon}_{p_{ind}}$: Vitesse de déformation plastique par indentation

- \dot{h} : Vitesse de déplacement de l'indenteur
- τ est le temps de coupure.
- η_R : coefficients de viscosité du matériau
- η_I : Coefficients de viscosité de l'indenteur
- p : Pression sous l'indenteur.
- $\dot{\alpha}$ et $\frac{da}{dt}$: Vitesses de déformation plastique et anélastique des éléments rhéologiques du modèle de Hart.
- σ_a : contrainte générée par la déformation anélastique
- σ_f : contrainte de friction
- ψ : module d'anélasticité
- m : Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
- t_0 : Temps au début du fluage
- τ : Temps de coupure
- v_s : Vitesse d'indentation à l'état stationnaire
- \mathcal{P} : Pression sous l'indenteur
- P_0 : Charge mesurée au début de la relaxation
- H_0 : Dureté mesurée au début de la relaxation
- P_f : Charge mesurée à la fin de la relaxation

- Liste des figures -

Figure 1-1 (a) Essai de fluage théorique.(b) Essai de fluage expérimental.[23]	30
Figure 1-2 Courbe classique de fluage [24]	31
Figure 1-3 Carte des mécanismes de déformation [45]	37
Figure 1-4 Courbe maitresse de Larson - Miller de l'Acier T91 [51]	38
Figure 1-5 Essais de relaxation [59]	41
Figure 1-6 Représentation de la courbe de relaxation (a) Contrainte σ ou contrainte normalisé σ/σ_0 en fonction de t ; (b) Contrainte σ ou contrainte normalisé σ/σ_0 en fonction de $\log(t)$.[59].....	42
Figure 1-7 Modèle rhéologique de Hart [78].....	47
Figure 1-8 (a) $\ln\sigma - \ln\dot{\epsilon}$: Relaxation de l'acier inox 304 à différents taux de déformation; (b) Points possédant la même valeur de a pente [79]	48
Figure 1-9 Courbe maitresse de l'acier inox 304 construite selon le modèle de Hart.[79]	49
Figure 1-10 Principe du premier test de dureté mis en œuvre par Brinell [87].....	50
Figure 1-11 Courbe charge déplacement en indentation instrumentée	51
Figure 1-12 (a) Courbes typiques représentant la variation de la charge avec le déplacement de l'indenteur au cours de l'essai de fluage; (b) Courbe de fluage par indentation : déplacement de l'indenteur en fonction du temps de maintien.	52
Figure 1-13 Modèle de fluage viscoélastique linéaire : (a) Représentation du matériau; (b) Représentation du couple matériau/instrument.[8]	57
Figure 1-14 Mécanismes contribuant au fluage par indentation.[108].....	59
Figure 1-15 Différents types d'indenteurs.	60
Figure 1-16 Courbe de fluage du succinonitrile obtenue par impression creep.[110]	61
Figure 1-17 Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte pour l'acier inox 316 à 600°C et l'acier 2-1/4Cr1Mo à 640°C obtenues par fluage classique et par impression creep.[116].....	62
Figure 1-18 Courbes typiques représentant la variation de la charge P avec le déplacement de l'indenteur h au cours de l'essai de relaxation.[118]	63

<i>Figure 1-19 Evolution de la charge et du déplacement de l'indenteur au cours du temps pendant l'essai de relaxation par indentation [119].</i>	64
<i>Figure 2-1 Schéma des traitements thermiques subis par les aciers étudiés.</i>	72
<i>Figure 2-2 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier T91</i>	72
<i>Figure 2-3 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier X20</i>	73
<i>Figure 2-4 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier T22</i>	73
<i>Figure 2-5 Courbe paramétrique de Larson-Miller de l'acier T91 (a) Matériau de cette étude, (b) comparaison littérature [51] – étude présente.</i>	74
<i>Figure 2-6 Courbes maitresses de Larson-Miller</i>	75
<i>Figure 2-7 Contraintes admissibles pour un fluage rupture de 10^5 heures en fonction de la température</i>	76
<i>Figure 2-8 Appareil de microdureté instrumentée CSM2-107 de Anton Paar.</i>	78
<i>Figure 2-9 Dispositif en température.</i>	80
<i>Figure 2-10 Appareil de macrodureté instrumentée ZHU 2.5 de Zwick.</i>	81
<i>Figure 2-11 Différentes collaborations du projet.</i>	83
<i>Figure 3-1 Courbes charge-déplacement de l'acier T91 obtenues pour une vitesse de chargement de 500 mN/min.</i>	88
<i>Figure 3-2 Évolution de la profondeur de pénétration, h_0, au début du maintien en fonction de la vitesse de chargement.</i>	89
<i>Figure 3-3 Courbe charge - déplacement de l'acier T91 avec une vitesse de chargement de $V = 10 \times 3$ N/min et un temps de maintien de 15 heures à la charge maximale de 3 N.</i>	90
<i>Figure 3-4 Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien.</i>	90
<i>Figure 3-5 Exemples de courbes de fluage, déplacement-temps, obtenues par indentation des aciers (a) T91 et (b) T22 à la charge maximale de 3 N.</i>	92
<i>Figure 3-6 Déplacements relatifs, $(h_{max} - h_0)/h_0$, de l'indenteur pendant le maintien à la charge maximale de 3 N avec une vitesse de chargement de 1 N/min pour l'acier T91.</i>	93
<i>Figure 3-7 Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 3 N pour les aciers (a) T91 et (b) T22.</i>	94

<i>Figure 3-8 Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 3 N avec une vitesse de chargement de 1 N/min pour l'acier T22 et application des différents modèles pour représenter la courbe.</i>	<i>96</i>
<i>Figure 3-9 Variation des paramètres de lissage en fonction du temps de maintien pour l'acier T22 sous une charge d'indentation de 3 N et une vitesse de chargement de 1 N/min.....</i>	<i>97</i>
<i>Figure 3-10 Variation des paramètres de lissage du modèle de Choi en fonction du temps de maintien pour l'acier T91 sous une charge d'indentation de 3 N et une vitesse de chargement de 1 N/min.....</i>	<i>98</i>
<i>Figure 3-11 Courbes de fluage par indentation des aciers (a) T91 et (b) T22 obtenues sous une charge de 3 N et un temps de maintien de 1000 secondes.....</i>	<i>99</i>
<i>Figure 3-12 Variation du déplacement total de l'indenteur en fonction de la vitesse de chargement pour les aciers T91 et T22.</i>	<i>101</i>
<i>Figure 3-13 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 (a) indenteur Vickers (b) indenteur sphérique.</i>	<i>102</i>
<i>Figure 3-14 Pente de la courbe de fluage de l'acier T91 en fonction de la charge.</i>	<i>103</i>
<i>Figure 3-15 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 sous une charge de maintien de (a) 3 N et (b) 15N.....</i>	<i>104</i>
<i>Figure 3-16 Variation de la vitesse de déformation en fonction de la dureté pour l'acier T91 avec les indenteurs (a) Vickers et (b) de forme sphérique.</i>	<i>106</i>
<i>Figure 3-17 Coefficients de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 obtenus par indentation (indenteurs Vickers et sphérique) et par fluage classique en fonction de la température.</i>	<i>108</i>
<i>Figure 4-1 Courbe charge - déplacement pour l'acier T91 avec une vitesse de chargement de $V = 10$ N/min et un temps de maintien de 2000 secondes à la profondeur maximale de 20 μm.....</i>	<i>114</i>
<i>Figure 4-2. Variation (a) de la charge et (b) de la dureté en fonction du temps de maintien pour l'acier T91.....</i>	<i>115</i>
<i>Figure 4-3 Variation (a) de la charge normalisée et (b) de la dureté normalisée en fonction du temps de maintien pour l'acier T91.....</i>	<i>116</i>
<i>Figure 4-4 Rapport de la charge en fin de maintien sur la charge au début du maintien, P_f/P_0, pour l'essai de relaxation de l'acier T91 d'une durée de 2000 secondes et réalisé à une profondeur de 20 μm.....</i>	<i>117</i>
<i>Figure 4-5 Courbes moyennes de relaxation par indentation pour une profondeur de maintien de 20 μm pour l'acier T91.....</i>	<i>118</i>

<i>Figure 4-6 Courbes moyennes de relaxation pour différentes profondeurs de maintien pour l'acier T91.</i>	119
<i>Figure 4-7 Variation de la charge normalisée en fonction du temps de maintien représentée par les lois (a) logarithmique et (b) puissance. Variation de la dureté normalisée en fonction du temps de maintien représentée par les lois (c) logarithmique et (d) puissance.</i>	122
<i>Figure 4-8 Variation de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique pour l'acier T91 à une profondeur de maintien de (a) 30 μm, (b) 25 μm et (c) 20 μm.</i>	124
<i>Figure 4-9 Variation de la charge normalisée en fonction du temps de maintien pour les aciers T91 et T22 aux profondeurs de maintien de (a) 30 μm et (b) 20 μm.</i>	126
<i>Figure 4-10 Courbes contrainte/vitesse de déformation (a) de l'acier 12Cr [21] et (b) du Pb [20].</i>	127
<i>Figure 4-11 Variation de la charge de relaxation en fonction de la vitesse de déformation plastique obtenue en relaxation par indentation à différentes profondeurs pour l'acier T91.</i>	128
<i>Figure 4-12 Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique (a) pour quatre taux de déformation pour l'acier 12Cr [21] et (b) pour trois taux de déformation du Plomb [20] ajustés avec l'équation de Hart</i>	129
<i>Figure 4-13 Synoptique de détermination de la pente de translation, μ, lorsque l'on considère que la courbe contrainte/vitesse de déformation est décrite par l'équation de Hart.</i>	131
<i>Figure 4-14 Points équivalents et droites de translation pour l'acier 12Cr.</i>	132
<i>Figure 4-15 Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique (a) à quatre taux de déformation pour l'acier 12Cr [21] et (b) à trois taux de déformation du Pb [20] ajustés par un polynôme de degré 2.</i>	134
<i>Figure 4-16 Synoptique de détermination de la pente de translation, μ, lorsque l'on considère que la courbe contrainte/vitesse de déformation est décrite par un polynôme de degré 2.</i> 136	
<i>Figure 4-17 (a) Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique à quatre taux de déformation représentées par un polynôme de degré deux (b) Courbe maîtresse pour l'acier 12Cr.</i>	137
<i>Figure 4-18 Courbe maîtresse pour le Plomb.</i>	138
<i>Figure 4-19 Variations à l'échelle bilogarithmique de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique de l'acier T91 (a) et de l'acier T22 (b) à trois profondeurs de maintien, représentées par l'équation de Hart modifiée.</i>	143
<i>Figure 4-20 Courbes maitresses de (a) l'acier T91 et (b) de l'acier T22 obtenues par relaxation par indentation.</i>	145

<i>Figure 5-1 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à 200 °C.....</i>	<i>153</i>
<i>Figure 5-2 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 200 °C et (b) 100 °C.</i>	<i>154</i>
<i>Figure 5-3 Courbes moyennes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N, un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 200 °C et (b) 100 °C et application du modèle de Choi [7] pour représenter la courbe.....</i>	<i>156</i>
<i>Figure 5-4 Courbes moyennes de fluage par indentation obtenues à différentes charges de maintien à (a) 100 °C et (b) 200 °C.....</i>	<i>157</i>
<i>Figure 5-5 Courbes de fluage par indentation d'une céramique obtenue sous une charge de 1 N et un temps de maintien de 1000 secondes (a) à température ambiante et (b) à 300 °C.</i>	<i>159</i>
<i>Figure 5-6 Courbes de fluage par indentation des aciers (a) T91, (b) X20 et (c) T22 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à 100, 200 et 300 °C.</i>	<i>160</i>
<i>Figure 5-7 Courbes donnant la vitesse de déformation plastique en fonction du temps des aciers (a) T91, (b) X20 et (c) T22.....</i>	<i>162</i>
<i>Figure 5-8 Variations de la vitesse de déformation en fonction de la dureté à 100 °C.....</i>	<i>164</i>
<i>Figure 5-9 Coefficients de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 obtenus par indentation et par fluage classique en fonction de la température.....</i>	<i>165</i>
<i>Figure 5-10 Logarithme de la vitesse de fluage à T = 1000 s en fonction de l'inverse de la température.</i>	<i>166</i>
<i>Figure 5-11 Comparaison des courbes de fluage par indentation des aciers T91, T22 et X20 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 100 °C, (b) 200 °C et (c) 300 °C.....</i>	<i>169</i>
<i>Figure 5-12 Représentation de la vitesse de fluage par indentation en fonction de la température.</i>	<i>170</i>
<i>Figure 5-13 Exposant à la contrainte en fonction de la température.</i>	<i>171</i>

- Liste des tableaux –

<i>Tableau 1-1 Valeurs du Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminé par fluage par indentation en utilisant l'équation (1.45) et celles obtenues par fluage classique.</i>	<i>56</i>
<i>Tableau 2-1 Compositions chimiques (%m) des aciers T91, X20 et T22 [125]–[127].....</i>	<i>71</i>
<i>Tableau 2-2 Contraintes conduisant à la rupture après 10⁵ heures.</i>	<i>76</i>
<i>Tableau 3-1 Déplacement de l'indenteur durant le temps de maintien pour les aciers T91 et T22 et différence entre les déplacements des deux matériaux.....</i>	<i>100</i>
<i>Tableau 3-2 Exposants à la contrainte des aciers T91 et T22</i>	<i>107</i>
<i>Tableau 3-3 Exposants à la contrainte obtenus par les essais de fluage classique à différentes températures pour les aciers T91 et T22.....</i>	<i>108</i>
<i>Tableau 4-1 Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse du Plomb.....</i>	<i>139</i>
<i>Tableau 4-2 Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse de l'acier 12Cr.</i>	<i>140</i>
<i>Tableau 4-3 Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse des aciers T91 et T22.</i>	<i>143</i>
<i>Tableau 4-4 Exposant de la contrainte en fonction de la température pour les aciers T91 et T22 obtenus par fluage classique.....</i>	<i>144</i>
<i>Tableau 5-1 Température à la surface de l'échantillon en fonction de celle indiquée sur le contrôleur.....</i>	<i>152</i>
<i>Tableau 5-2 Vitesses de fluage en fonction de la température.</i>	<i>163</i>
<i>Tableau 5-3 Exposants à la contrainte des aciers T91, X20 et T22 à 100, 200 et 300 °C.....</i>	<i>165</i>

- Table des matières -

Remerciements	5
Liste des abréviations	7
Liste des figures	10
Liste des tableaux	15
Introduction générale	21
<u>CHAPITRE 1</u> : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	27
1 Essais classiques de fluage et de relaxation	29
1.1 Fluage classique	29
1.1.1 Généralités	29
1.1.2 Analyse de la courbe de fluage et mécanismes de déformation au fluage	31
1.1.3 Méthodes d'extrapolations et de prédictions du comportement au fluage à long terme	37
1.2 Essai de relaxation	40
1.2.1 Généralités	40
1.2.2 Interprétation de la courbe de relaxation	43
1.3 Extrapolation du fluage à partir des données de relaxation	45
1.3.1 Modèle de Hart	46
2 Fluage et relaxation par indentation	49
2.1 L'indentation pour étudier le fluage et la relaxation	50
2.2 Fluage par indentation	52
2.2.1 Généralités	52
2.2.2 Analyse de la courbe de fluage par indentation	53
2.2.3 Mécanismes de fluage par indentation	58
2.2.4 Influence de la forme de l'indenteur	59
2.2.5 Impression creep	60
2.3 Relaxation par indentation	62

2.3.1	Généralités	62
2.3.2	Courbe de relaxation par indentation.....	63
2.3.3	Analyse de l'essai de relaxation par indentation	64
3	Conclusion	65

CHAPITRE 2 : MATERIAUX, TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET RESULTATS EN FLUAGE CLASSIQUE

1.	Préparation des échantillons	69
2.	Matériaux	70
2.1.	Traitement thermique	71
2.2.	Analyse microstructurale.....	72
3.	Comportement en fluage classique des aciers T91, X20 et T22	73
4.	Protocole expérimental	77
4.1.	Dispositif expérimental.....	77
4.1.1.	Microindenteur	77
4.1.2.	Macroindenteur	80
4.2.	Principe des essais de fluage et de relaxation par indentation	81
4.3.	Procédure expérimentale.....	82
4.3.1.	Fluage à température ambiante	82
4.3.2.	Fluage en température.....	82
4.3.3.	Relaxation à température ambiante	82
5.	Différentes collaborations	83

CHAPITRE 3 : ESSAI DE FLUAGE PAR INDENTATION A TEMPERATURE AMBIANTE.....

1.	Introduction.....	87
2.	Influence des conditions de chargement sur le premier stade du fluage.....	88
3.	Influence du temps de maintien sur le fluage.....	89
3.1.	Dispersion des courbes de fluage : Méthode de sélection des courbes de fluage... ..	91
3.2.	Influence du temps de maintien sur la courbe de fluage.....	94
4.	Influence de la vitesse de chargement	98
5.	Influence de la charge de maintien et de la forme de l'indenteur.....	101

6. Coefficient de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 à température ambiante	105
7. Conclusion	109

**CHAPITRE 4 : RELAXATION PAR INDENTATION ET EXTRAPOLATION
RELAXATION - FLUAGE** 111

1. Introduction.....	113
2. Relaxation par indentation	113
2.1. Courbe de relaxation par indentation	113
2.1.1. Méthode de sélection des courbes de relaxation.....	117
2.1.2. Influence de la profondeur de maintien	119
2.1.3. Approche mathématique de la description de la courbe de relaxation par indentation.....	120
2.2. Autres représentations des données de relaxation par indentation	122
2.3. Comparaison des courbes de relaxation par indentation	125
3. Corrélation fluage-relaxation.....	126
3.1. Méthode basée sur la relation de Hart	128
3.1.1. Application	132
3.2. Méthode basée sur une fonction polynômiale	133
3.2.1. Application	136
3.3. Discussion sur les méthodes de translation	141
3.4. Application sur les données de relaxation par indentation obtenues pour les aciers T91 et T22	142
4. Conclusion	146

CHAPITRE 5 : ESSAIS EN TEMPERATURE 149

1. Introduction.....	151
2. Calibration de la température à la surface de l'échantillon	151
3. Difficultés liées à la température	152
3.1. Système de chauffage.....	152
3.2. Influence de la charge	156
4. Influence de la température sur les données de fluage par indentation	160
5. Résultats de fluage par indentation en température	163

5.1. Coefficient de sensibilité à la contrainte	164
5.2. Energie d'activation	166
6. Comparaison des matériaux suivant leur sensibilité au fluage par indentation	167
7. Conclusion	172
Conclusion générale et perspectives	173
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	177

Introduction générale

L'amélioration de la capacité thermique (des chaudières) des centrales électriques, pour la production du courant électrique, est favorisée par l'augmentation de la température et de la pression des gaz qui entrent dans les turbines. Par exemple, l'augmentation de la température des gaz de 580 °C à 600 °C conduit à une augmentation de la capacité thermique de 38 à 42 % [1]. Durant ces dernières décennies, on note un développement de plus en plus important de diverses nuances d'aciers ferritiques et martensitiques afin d'assurer le fonctionnement des centrales électriques à de très hautes températures (autour de 600 °C) et surtout de minimiser la pollution des centrales à flamme. Ces aciers résistants à la chaleur, utilisés pour la fabrication de composants ayant une température de service élevée, possèdent généralement de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion. Mais la résistance au fluage est sans doute la propriété mécanique la plus importante pour ces matériaux qui fonctionnent à des conditions extrêmes de température et de pression, car, sous ces effets combinés le matériau peut se déformer, se rompre voire exploser. Il est donc clair que le comportement au fluage devient un paramètre essentiel pour le choix des matériaux devant servir sous ces conditions extrêmes. Parmi les nombreux problèmes que l'on rencontre pendant ce type d'essai (surtout pour les aciers), la durée de l'essai reste le souci majeur car les normes ISO et ASME recommandent une durée d'essai de fluage supérieure à un tiers de la durée de vie du matériau testé qui se situe généralement autour de 100 000 heures pour les aciers. Malgré les différentes méthodes d'extrapolation des données qu'offre cette technique (fluage) pour réduire le temps d'essai, et aussi la possibilité d'extrapoler le fluage à partir des données de relaxation [2], l'essai classique de fluage reste tout de même consommateur de temps ce qui constitue de fait une perte de temps dont les industriels voudraient bien se passer.

L'objectif de ce travail est de proposer une méthodologie permettant de classer les matériaux selon leur sensibilité au fluage au moyen d'un essai qui ne dure que quelques dizaines de minutes comparées aux 100 000 heures d'un essai en fluage classique. Nous disposons à cet effet de trois nuances d'aciers au chrome, fournies par l'entreprise Vallourec, dont le comportement au fluage classique est connu. Il nous revient donc au terme de cette étude de retrouver le classement qui est fait en fluage classique suivant la sensibilité au fluage de ces matériaux. Pour cela, nous envisageons d'utiliser la technique d'indentation qui permet

d'appliquer des conditions de chargement proches de celles utilisées pour l'essai classique. L'indentation instrumentée, principalement développée pour la détermination de la dureté et du module d'élasticité [3]–[6], est utilisée ici car elle permet d'étudier le comportement au fluage et en relaxation des matériaux. L'essai de fluage par indentation instrumentée peut être réalisé de plusieurs manières (- vitesse de déformation, constante (CSR), - vitesse de chargement constante puis maintien à charge constante (CLH), - vitesse de chargement constant (CRL), - strain rate jump (SRJ)), nous utiliserons dans le cadre de cette étude la méthode CLH qui présente plusieurs avantages comparés aux autres. En effet, elle permet d'accéder à un large domaine de vitesse de déformation à partir d'un seul essai et minimise l'influence de l'effet de la profondeur sur la dureté. Cette méthode consiste à maintenir la charge appliquée pendant un temps donné durant lequel on constate dans la plupart des cas que l'indenteur continue à s'enfoncer. Pour S. Phani *et al.* [7], cette méthode que nous appliquons est la mieux adaptée pour décrire le fluage par indentation. L'étude de la variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à chargement constant est typiquement représentative d'un comportement au fluage, que l'on prend bien soin ici d'appeler fluage par indentation puisqu'il ne peut en aucun cas se substituer à l'essai de fluage classique. Cette technique est particulièrement avantageuse dans la mesure où elle nécessite des échantillons de petites tailles, une préparation d'échantillon moins contraignante, des durées d'essai plus courtes et une mise en œuvre plus simple. Depuis quelques décennies, plusieurs travaux ont été menés dans le but d'étudier le comportement au fluage de divers matériaux avec cette technique [8]–[15]. D'un point de vue général, les conditions d'indentation ne sont pas clairement définies, par exemple, la durée de maintien à la charge maximale est rarement justifiée. Certains auteurs utilisent quelques secondes et d'autres quelques heures. En outre, la forme de l'indenteur utilisé est importante car la contrainte est constante pour un indenteur de forme cylindrique ; tandis que pour un indenteur pyramidal ou sphérique, on observe une variation de la contrainte au cours du fluage par indentation [16]. D'autres interrogations se posent aussi concernant le choix de la gamme de charge, des conditions d'application de la charge et de la température de l'étude.

Par ailleurs, il existe des travaux visant à utiliser l'essai de relaxation de la contrainte pour prédire le comportement au fluage des matériaux. Nous avons par exemple le cas de plusieurs auteurs qui démontrent dans leurs travaux que la vitesse de déformation plastique obtenue à partir de l'essai de relaxation est comparable à la vitesse de fluage à l'état stationnaire [2], [17]–[19]. Par exemple, Hart [20], en étudiant le comportement en relaxation, a développé

une théorie pour décrire la déformation plastique intragranulaire d'un solide polycristallin soumis à une traction monotone. En appliquant cette théorie, il est possible de déterminer un coefficient d'homothétie, noté μ , déduit de la droite de translation des courbes contrainte - vitesse de déformation plastique qui permet de construire une courbe maîtresse unique. L'intérêt de ce coefficient est qu'il est lié (selon l'auteur) au coefficient de sensibilité à la contrainte obtenu par fluage, le premier étant l'inverse de l'autre. Cet aspect a déjà été l'objet de plusieurs études utilisant la technique d'indentation [21].

En effet, en indentation, lorsqu'on maintient l'indenteur enfoncé à la même profondeur pendant l'essai, on observe une diminution de la charge pendant le temps de maintien : c'est la relaxation de la charge en indentation. L'application de la méthodologie proposée par Hart [20] sur des données issues des essais de relaxation classique ou de relaxation par indentation est bien présente dans la littérature et montre la construction de la courbe maîtresse d'un matériau. Par contre, aucun détail sur l'application de cette méthodologie ne nous est donné pour bien comprendre comment le paramètre d'homothétie est déterminé.

Nous allons dans ce travail aborder ces différents aspects sans avoir la prétention de déterminer des valeurs précises pour rendre compte du comportement en fluage mais avec pour objectif principal de classer les matériaux selon leur sensibilité. Le mémoire s'articule autour de cinq chapitres. Le chapitre 1 fait un rappel bibliographique sur les aspects considérés dans notre étude. Le chapitre 2 présente les matériaux qui ont été analysés et les techniques expérimentales employées. Il est à noter que dans ce chapitre, nous présentons le comportement au fluage des matériaux étudiés et nous proposons un classement selon leur sensibilité à partir d'une banque de données, fournie par la société Vallourec, comportant essentiellement les résultats des essais de fluage effectués par traction sur les différents matériaux. Dans les chapitres 3, 4 et 5, nous présentons nos résultats issus de l'indentation instrumentée.

Nous consacrons le chapitre 3 à l'étude à température ambiante du fluage par indentation afin de définir les conditions expérimentales qui seront plus tard appliquées aux essais en température. Pour cela, notre étude s'est effectuée sur deux nuances d'aciers, à 9 % et 2,25 % de chrome, qui sont respectivement les matériaux le moins et le plus sensible au fluage parmi ceux dont nous disposons (d'après les résultats de fluage classique). Nous étudions dans un premier temps l'influence des conditions expérimentales sur la profondeur de pénétration au

début du fluage et pendant le maintien à la charge maximale. Ensuite, en se basant sur des lois descriptives et une approche phénoménologique ou rhéologique du fluage, nous proposons une méthodologie permettant de déterminer les conditions d'indentation optimales en termes de temps de maintien à la charge maximale et de vitesse de chargement. Cette méthodologie permet de sélectionner le modèle le plus cohérent en minimisant le nombre de paramètres et en maximisant les coefficients de corrélation. Par la suite, nous comparons les indentations pyramidales (Vickers) et sphériques (Brinell). Nous comparons enfin l'exposant à la contrainte obtenu par indentation à température ambiante aux exposants obtenus par essais classiques à différentes températures sur les mêmes matériaux.

Le chapitre 4 comprend deux grandes parties. La première partie est consacrée à l'étude du comportement en relaxation par indentation des aciers dans laquelle nous étudions l'influence de la profondeur de maintien sur le comportement en relaxation et comparons aussi les matériaux à partir de leurs courbes de relaxation. Dans la deuxième partie de ce chapitre, avec pour objectif de trouver une corrélation entre le fluage et la relaxation par indentation, nous proposons deux approches mathématiques permettant de construire, à partir des courbes obtenues par relaxation, la courbe maîtresse qui décrit le comportement du matériau, et de déterminer ainsi le paramètre d'homothétie μ . La première approche est basée sur la méthodologie de Hart et repose sur le fait que les courbes donnant la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique au cours de l'essai de relaxation peuvent être décrites par la relation mathématique proposée par Hart. Dans la seconde approche, nous considérons que les courbes peuvent être représentées par un polynôme de degré 2. Dans les deux cas nous déterminons le coefficient d'homothétie et ensuite la courbe maîtresse du matériau considéré. Ces deux méthodes sont tout d'abord appliquées sur des courbes contrainte – vitesse de déformation plastique issues des travaux de Kibelolo *et al.* [22] et ceux de Lucas et Pendleton [21], ensuite sur les deux aciers à 9 et 2,5 % de chrome. Les valeurs de l'inverse du paramètre d'homothétie obtenues par ces deux méthodes sont comparées à celles que nous avons obtenues par fluage par indentation afin de valider ou non le passage entre la relaxation et le fluage.

Le chapitre 5 est consacré à l'étude du fluage par indentation en température de trois aciers, nous avons ajouté l'acier à 12 % de chrome. Nous nous limitons dans ce chapitre à l'étude du fluage par indentation du fait de l'impossibilité de notre microindenteur, équipé d'un dispositif à chaud, d'asservir en profondeur ; et de l'impossibilité de conduire des essais en

température sur le macroindenteur. Dans cette partie, l'objectif est de valider la méthodologie qui a été proposée à température ambiante et de proposer un classement des matériaux suivant leur sensibilité au fluage. Toutefois, nous nous sommes confrontés à plusieurs problèmes liés au système de chauffage qui n'offre pas la possibilité de mettre la pointe et l'échantillon à la même température et au problème de dérive thermique. Nous avons utilisé la méthode proposée par Schuh *et al.* [23] pour contourner ce problème. Les courbes ainsi obtenues présentent une grande dispersion. Après avoir réduit cette dispersion, en respectant un temps de pause entre chaque essai, nous avons essayé en vain d'évaluer la dérive thermique, car notre système expérimental se trouve finalement peu adapté à ce type d'essai en température. C'est la raison pour laquelle nous pensons que les mesures effectuées dans ce travail ne représentent pas le comportement réel au fluage des matériaux étudiés. Malgré tout, et étant donné que l'objectif principal n'est pas de déterminer les propriétés intrinsèques des matériaux mais de les comparer, nous étudions tout de même les paramètres de fluage tels que le coefficient de sensibilité à la contrainte, la vitesse de fluage et l'énergie d'activation. Nous avons surtout vérifié si la corrélation, établie au chapitre 1 entre les coefficients de sensibilité à la contrainte obtenus par indentation à température ambiante et ceux obtenus par des essais classiques à haute température, est respectée en température.

Enfin, nous proposons un classement des matériaux sur la base de l'analyse de tous ces éléments, ce qui était, rappelons-le, notre objectif principal.

L'ensemble de ces travaux a conduit à ce jour à 1 publication de rang A et 1 publication nationale suite à la participation au congrès indentation à Lille en 2016:

- [1] Nogning Kamta P, Mejias A, Roudet F, Louis G, Touzin M, Chicot D, Creep indentation analysis of T22 and T91 chromium based steels. *Materials Science and Engineering A*, Volume 652, Pages 315-324, 15 January 2016.
- [2] Nogning Kamta P, Chicot D, Roudet F, Touzin M, Louis G, Fluage et relaxation par indentation d'aciers au chrome. *Matériaux & Techniques*, Volume 105, Number 1, 8 pages, 2017.

CHAPITRE 1.
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	27
1 Essais classiques de fluage et de relaxation	29
1.1 Fluage classique	29
1.1.1 Généralités	29
1.1.2 Analyse de la courbe de fluage et mécanismes de déformation au fluage.....	31
1.1.3 Méthodes d'extrapolations et de prédictions du comportement au fluage à long terme.....	37
1.2 Essai de relaxation	40
1.2.1 Généralités	40
1.2.2 Interprétation de la courbe de relaxation.....	43
1.3 Extrapolation du fluage à partir des données de relaxation	45
1.3.1 Modèle de Hart	46
2 Fluage et relaxation par indentation	49
2.1 L'indentation pour étudier le fluage et la relaxation	50
2.2 Fluage par indentation	52
2.2.1 Généralités	52
2.2.2 Analyse de la courbe de fluage par indentation	53
2.2.3 Mécanismes de fluage par indentation	58
2.2.4 Influence de la forme de l'indenteur	59
2.2.5 Impression creep.....	60
2.3 Relaxation par indentation	62
2.3.1 Généralités	62
2.3.2 Courbe de relaxation par indentation.....	63
2.3.3 Analyse de l'essai de relaxation par indentation	64
3 Conclusion	65

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique articulée en deux parties.

La première partie est consacrée à l'étude du comportement au fluage des matériaux métalliques, des mécanismes qui interviennent pendant le fluage et des méthodes classiques permettant d'extrapoler les données de fluage à long terme à partir d'essais effectués sur des temps relativement courts. Ensuite dans le même chapitre, nous présentons le comportement à la relaxation et les méthodes qui permettent d'extrapoler le comportement au fluage à partir des données issues de l'essai de relaxation. Dans la deuxième et dernière partie, nous présentons l'essai d'indentation qui permet, en contrôlant soit le chargement soit le déplacement de l'indenteur, de remonter aux comportements au fluage et à la relaxation dits « par indentation ».

1 Essais classiques de fluage et de relaxation

1.1 Fluage classique

1.1.1 Généralités

A haute température, un matériau sous sollicitation constante sur des durées importantes se déforme lentement de manière continue. Dans le cas où la contrainte de sollicitation est choisie de manière à être inférieure à la limite d'élasticité du matériau, le phénomène observé est appelé **fluage**. On définit donc le fluage comme un phénomène physique qui provoque la déformation irréversible d'un matériau soumis à une contrainte constante σ pendant un temps donné t et à une température constante T . Le domaine dit à haute température dans ce type d'essai dépend de la température de fusion du matériau, soit :

- $T > 0,3$ à $0,4T_f$ pour les métaux
- $T > 0,4$ à $0,5T_f$ pour les céramiques

Où T_f est la température de fusion du matériau.

Par contre, pour la plupart des matériaux polymères on peut observer le phénomène de fluage à température ambiante. En effet, pour ces matériaux, on tient compte de la température de transition vitreuse T_g ; et cette dernière est de l'ordre de la température ambiante pour la plupart d'entre eux.

L'essai de fluage se déroule en deux étapes (Figure 1-1) :

- La première étape consiste à la mise en charge : ici, de manière pratique, on applique progressivement au matériau une contrainte jusqu'à atteindre une valeur maximale qui devient la contrainte de fluage.
- La seconde étape représente le fluage proprement dit, où la contrainte de fluage reste constante pendant toute la durée de l'essai.

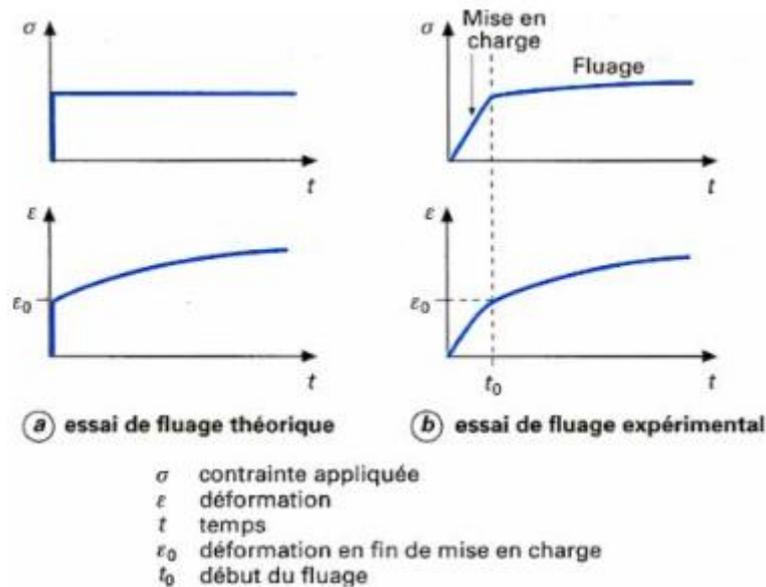


Figure 1-1 (a) Essai de fluage théorique. (b) Essai de fluage expérimental. [24]

Pour étudier le comportement au fluage, on enregistre la déformation du matériau en fonction du temps. La courbe typique de fluage est représentée schématiquement sur la Figure 1-2. On y distingue trois stades :

- **Le stade primaire ou fluage transitoire**, elle correspond à une décroissance rapide de la vitesse de déformation ou de fluage au cours du temps, due à l'écroutissement, pour tendre vers une vitesse minimale constante. Cette décroissance de la vitesse de déformation est attribuée au durcissement ; ce qui correspond à l'augmentation de la résistance du matériau.
- **Le stade secondaire ou fluage stationnaire**, la vitesse de déformation reste constante. Le stade stationnaire est attribué à l'équilibre entre la vitesse de génération des dislocations contribuant à l'écroutissement et la vitesse de restauration.
- **Le stade tertiaire**, la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture du matériau.

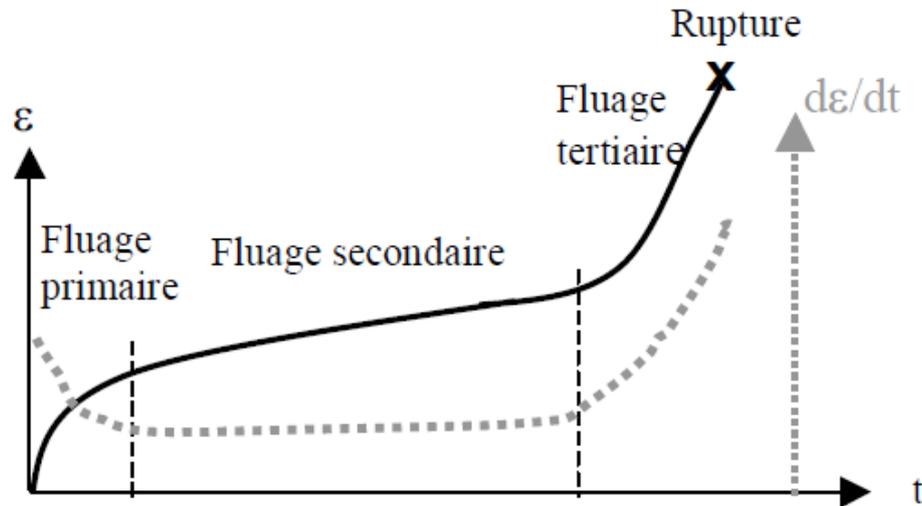


Figure 1-2 Courbe classique de fluage [25]

1.1.2 Analyse de la courbe de fluage et mécanismes de déformation au fluage

1.1.2.1 Analyse du fluage

Il existe plusieurs modèles permettant de représenter le comportement au fluage des matériaux à haute température. Ces modèles expriment généralement la déformation en fonction du temps ou la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée et dépendent aussi du stade de fluage. Le premier stade du fluage a été décrit pour la première fois en 1910 par Andrade [26]. Il a trouvé que l'on pouvait ajuster la courbe de fluage primaire par l'expression suivante qui donne la déformation ε en fonction du temps :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \log(1 + \beta \cdot t^{\frac{1}{3}} + k \cdot t) \quad (1.1)$$

Où k et β sont des paramètres d'ajustement et ε_0 la déformation initiale.

Pour des petites valeurs de temps t , cette relation peut s'écrire plus simplement sous la forme :

$$\varepsilon \approx \varepsilon_0 + \beta \cdot t^{\frac{1}{3}} + k \cdot t \quad (1.2)$$

Dans ce cas-là, la déformation totale est vue comme la superposition du fluage transitoire avec le terme $t^{1/3}$ et le fluage stationnaire visqueux avec la constante k qui est liée à la vitesse de fluage.

D'autres équations ont été proposées pour décrire les courbes de fluage :

- primaire [27]–[29], en exprimant la déformation totale en fonction du temps ;
- secondaire [30], [31], en exprimant la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte appliquée ;
- et tertiaire en exprimant la déformation totale au cours du fluage tertiaire en fonction du temps [32] ou la vitesse de déformation en fonction de la contrainte [33], [34].

La phase stationnaire du fluage constitue généralement le domaine le plus important de la courbe de fluage. C'est pourquoi le classement des résultats de fluage est souvent établi en fonction de la sensibilité de la vitesse de déformation par rapport à la contrainte appliquée. Les modèles proposés pour ce stade diffèrent suivant le domaine de contraintes. De manière générale le comportement est décrit par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon} = A_1 \cdot sh(\alpha \cdot \sigma) \quad (1.3)$$

Où A_1 et α sont des constantes d'ajustement.

- ❖ **Pour des contraintes faibles**, on peut assimiler le sh à son argument. La vitesse de déformation est donc linéairement proportionnelle à la contrainte appliquée. Le modèle décrivant le comportement au fluage dans ce cas est sous la forme :

$$\dot{\epsilon} \propto \alpha \cdot \sigma \quad (1.4)$$

- ❖ **Pour des contraintes fortes**, $sh(\alpha \cdot \sigma) \sim \frac{1}{2} \cdot \exp(\alpha \cdot \sigma)$. La vitesse de déformation augmente de manière très rapide avec l'augmentation de la contrainte. Elle suit une loi exponentielle qui s'écrit sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = \frac{A_1}{2} \cdot \exp(\alpha \cdot \sigma) \quad (1.5)$$

- ❖ **Pour des contraintes moyennes ou intermédiaires**, le comportement au fluage est décrit par une loi-puissance ou loi de type Norton [30] de la forme :

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma^n \quad (1.6)$$

Où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de fluage stationnaire, σ la contrainte de fluage, A' et n sont des paramètres dépendants du matériau.

De manière générale, la vitesse de déformation pendant le fluage secondaire peut être décrite en associant une loi puissance et une loi de type Arrhenius pour des essais réalisés à des températures et des contraintes différentes :

$$\dot{\epsilon} = A'' \cdot \sigma^n \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1.7)$$

Où A'' est un paramètre dépendant du matériau, Q ($J \cdot mol^{-1}$) est l'énergie d'activation, T ($^{\circ}K$) la température et R la constante des gaz parfaits ($R = 8,3144621 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$).

Le paramètre n est appelé coefficient de sensibilité à la contrainte ; c'est un paramètre important car il permet de connaître le mécanisme à l'origine de la déformation. On le calcule en considérant la pente $\log(\dot{\epsilon}) = f(\log(\sigma))$.

$$n = \left[\frac{\partial \log(\dot{\epsilon})}{\partial \log(\sigma)} \right]_T \quad (1.8)$$

n est généralement compris entre 3 et 5 [24]. Par ailleurs, cette valeur peut être supérieure à 5 et même atteindre des valeurs proches de 70 pour les superalliages [35].

1.1.2.2 Mécanismes de déformations

Lorsqu'un matériau est sollicité en fluage, il peut se déformer plastiquement de diverses manières. La déformation est gouvernée par un ou plusieurs mécanismes qui dépendent de la température et/ou de la contrainte de sollicitation. On distingue ainsi plusieurs mécanismes de fluage qui se répartissent généralement en deux grandes classes : le fluage par diffusion et le fluage lié à des mouvements de dislocations [36]–[38]. On a entre-autre :

Fluage « dislocation contrôlé par le glissement »

- *Limité par des obstacles discrets*
- *Limité par les contraintes de Peierls*

Fluage « dislocation »

- A haute température
- A basse température

Fluage « diffusion »

- Diffusion intergranulaire (Fluage de Coble)
- Diffusion intragranulaire (Fluage de Nabarro-Herring)

1.1.2.2.1 Fluage dislocation contrôlé par le glissement

Le mécanisme de fluage dislocation contrôlé par le glissement gouverne la déformation aux **basses températures** ($T \leq 1/3T_f$, où T_f est la température de fusion) et aux contraintes élevées $10^{-4} < \sigma_s / G < 5 \cdot 10^{-3}$ (σ_s est la contrainte de cisaillement et G module de cisaillement). Le mouvement de glissement, dans ce cas, se produit généralement sans autre apport énergétique que la contrainte extérieure appliquée. De manière générale, tous les cristaux présentent ce type de déformation.

Pour les matériaux à structure CFC ou HC, les dislocations se déplacent facilement sans aucune résistance importante ; le mouvement peut être par contre limité dans ce cas par la présence d'obstacles localisés tels que : les impuretés, les précipités ou d'autres dislocations. La contrainte d'écoulement pour ce type de matériaux est proportionnelle à $G \cdot b / l$, où G est le module de cisaillement, l est la taille de l'obstacle et b le vecteur de Burgers. La constante de proportionnalité dépend de la résistance des obstacles et de leurs distributions.

Le mouvement des dislocations dans les cristaux à structure CC et diamant est rendu très difficile par la nature même de la structure. Ceci est aussi le cas dans les oxydes et les carbures car il existe une résistance au mouvement produite par le réseau cristallin lui-même. Cette résistance augmente rapidement avec la diminution de la température. Pour décrire cette résistance du réseau, Frost et Ashby [37] se sont basés sur les travaux de Guyot et Dorn [39] en considérant le potentiel de Peierls de forme parabolique, pour exprimer l'énergie d'activation nécessaire au déplacement des dislocations.

1.1.2.2.2 Fluage dislocation

A des **températures supérieures à $0,5T_f$** et à des contraintes relativement élevées, les dislocations se déplacent à travers les grains d'un polycristal et des agrégats pour former des

cellules. La déformation résultante est apparemment contrôlée par la diffusion (contrairement au fluage dislocation contrôlée par glissement), mais la vitesse de déformation est une fonction non linéaire de la contrainte. Ce fluage dislocation obéit expérimentalement à la relation constitutive suivante [40] :

$$\dot{\epsilon} = \phi \frac{D_v G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{n'} \quad (1.9)$$

Où ϕ et n' sont des constantes, D_v le coefficient de diffusion en volume, G est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et k la constante de Boltzmann.

A **basse température**, Frost et Ashby [37] ont introduit un terme supplémentaire de fluage dislocation : la diffusion des cœurs, qui contribue au transport diffusif de la matière et qui peut devenir un mécanisme de transport (déformation) principal. La contribution de la diffusion des cœurs est intégrée en définissant un coefficient de diffusion effectif D_{eff} sous la forme :

$$D_{eff} = D_v f_v + D_c f_c \quad (1.10)$$

Où D_c est le coefficient de diffusion des cœurs, f_v et f_c sont les fractions des sites atomiques associés à chaque type de diffusion. f_v est généralement égale à l'unité et f_c est déterminée à partir de la densité de dislocation.

1.1.2.2.3 Fluage diffusion [25]

À plus **haute température**, la vitesse de déformation est uniquement contrôlée par la vitesse de diffusion des lacunes. En 1948, Nabarro propose que le gradient de concentration de lacunes entre deux surfaces d'un cristal soumis à un champ de contraintes non hydrostatique conduit à un flux de lacunes entre les surfaces, donc à un flux de matière en sens opposé. Ceci conduit à une déformation plastique du cristal. Deux principaux modèles découlent de cette description : le modèle de Coble [41] qui est consacré à la diffusion aux joints de grains et le modèle de Nabarro-Herring [42] qui décrit la diffusion de matière en volume à plus forte température.

Le modèle de fluage de Coble (1963) devient prédominant pour des polycristaux de petites dimensions, présentant donc une grande proportion d'interfaces. Comme Herring, la

démarche de Coble est basée sur le calcul du flux de lacunes, non plus dans les grains, mais dans les joints de grains.

Ces mécanismes sont différents et la déformation au fluage résultant de chacun d'eux contribue à la déformation totale au fluage. Pour une contrainte et une température données, le mécanisme donnant la plus grande valeur de la vitesse de fluage est le mécanisme contrôlant la déformation. Lorsque le fluage est dominé par le fluage secondaire, la vitesse de déformation est décrite par une loi puissance de type Norton (**équation (1.6)**). En introduisant la loi d'Arrhenius dans cette expression, on obtient l'équation **(1.7)**. Les tracés des courbes $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ (permettant de déterminer le coefficient de sensibilité à la contrainte n) et $\log \dot{\epsilon} - \log \frac{1}{T}$ (permettant de déterminer l'énergie d'activation Q) peuvent permettre de renseigner le mécanisme de fluage dominant. Pour le mécanisme de fluage dislocation, l'énergie d'activation est notée Q_{SD} (énergie d'activation d'autodiffusion) à haute température et Q_{CD} (énergie d'activation de la dislocation par diffusion des cœurs) à basse température. Pour ce mécanisme, le coefficient de sensibilité à la contrainte n est supérieur à 5.

Pour le fluage par diffusion, les énergies d'activations sont Q_{SD} et Q_{BD} (diffusion inter granulaire) et le coefficient de sensibilité à la contrainte n vaut 1 [43].

En 1979, Ashby *et al.* [44] reportent sur le même graphe ces différents mécanismes de déformation. Ce graphe est appelé carte des mécanismes de déformation ; un point sur la carte identifie le mécanisme dominant et indique la vitesse de déformation résultante. Comme le montre la Figure 1-3 [45], la carte des mécanismes de déformation est construite à partir des données de la contrainte normalisée $\frac{\sigma}{G}$ (G est le module de cisaillement) en fonction de la température normalisée $\frac{T}{T_f}$. Elle comprend plusieurs domaines de contraintes et de températures dans lesquels un mécanisme de déformation particulier est dominant ; elle est utilisée pour prédire le mécanisme de déformation au début du fluage sous des conditions spécifiques de contrainte et de température.

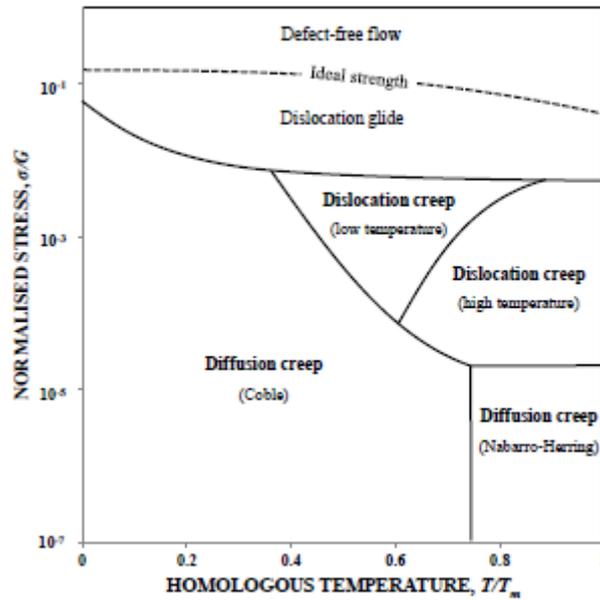


Figure 1-3 Carte des mécanismes de déformation [46]

1.1.3 Méthodes d'extrapolation et de prédiction du comportement au fluage à long terme

Il existe plusieurs méthodes d'extrapolation du comportement au fluage à long terme à partir des essais effectués à court terme [45]. Les plus utilisées sont les méthodes paramétriques ; elles sont basées sur le principe d'équivalence temps-Température permettant de diminuer la durée des essais en augmentant la température. Une autre méthode, basée sur la relation de Monkman et Grant [47] est souvent utilisée.

Equivalence temps-Température

La relation d'équivalence temps-Température est à l'origine des méthodes paramétriques. Partant d'une analyse théorique, elle permet de remplacer le temps et la température par un paramètre appelé paramètre d'équivalence. A partir de ce paramètre, et pour un matériau donné, une courbe maîtresse donnant la contrainte en fonction du paramètre d'équivalence est obtenue et permet d'extrapoler le comportement au fluage. Plusieurs paramètres d'équivalence temps-température ont été développés :

- Paramètre de Larson-Miller [48], donné par la relation :

$$PLM = f(\sigma) = T \cdot (\log(t_r) + C_1) \quad (1.11)$$

Où C_1 est une constante.

Larson et Miller ont trouvé graphiquement que pour une large gamme d'alliages, lorsque t_r est exprimée en heure, la constante C_1 est autour de 20-22 [49].

➤ Paramètre de Sherby-Dorn [50], défini par :

$$PSD = f(\sigma) = \log(t_r) - \frac{Q}{RT} \quad (1.12)$$

➤ Paramètre de Manson-Haferd [51], exprimé sous la forme :

$$PMH = f(\sigma) = \frac{T - T_a}{\log(t_r) - \log(t_a)} \quad (1.13)$$

Où t_a et T_a sont des paramètres caractéristiques du matériau.

A partir des essais réalisés sous différentes contraintes et pour chaque matériau, les auteurs reportent les données expérimentales (t_r, T, σ) dans la base paramètre d'équivalence - $\log(\sigma)$. On obtient ainsi une courbe appelée courbe maîtresse (Figure 1-4). Elle permet d'extrapoler les données du fluage.

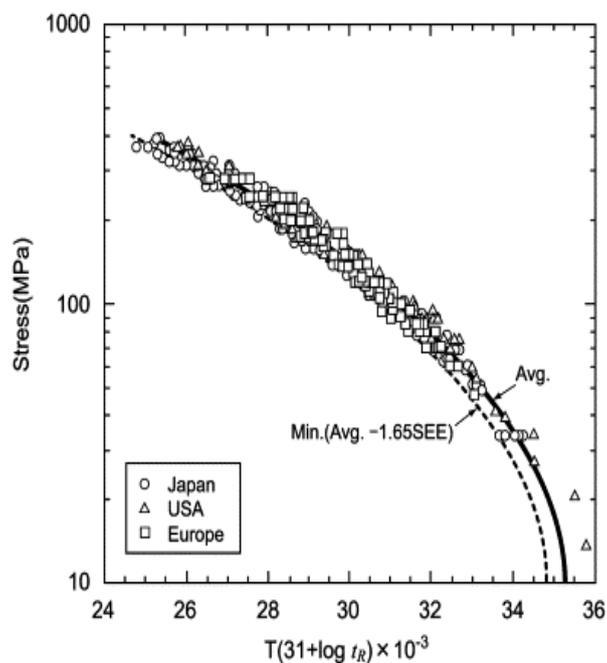


Figure 1-4 Courbe maîtresse de Larson - Miller de l'Acier T91 [52]

Relation de Monkman – Grant

Cette relation a été proposée par Monkman et Grant en 1956 [47]. D'après les auteurs, il existe une relation linéaire entre le logarithme du temps à la rupture, t_r , et le logarithme de la vitesse minimale de fluage, $\dot{\varepsilon}_m$. Ainsi, la relation de Monkman-Grant s'écrit comme une loi puissance de la forme :

$$\dot{\varepsilon}_m^{\alpha'} \cdot t_r = C_{MG} \quad (1.14)$$

Où C_{MG} et α' sont des constantes.

La constante C_{MG} , appelée constante de Monkman, peut être vue dans certains cas comme étant la déformation ayant lieu pendant le stade secondaire

Il a été démontré par plusieurs auteurs [53]–[55] que cette relation empirique est un moyen puissant et fiable pour prédire la durée de vie des matériaux à long terme à partir d'essais à court terme pour un large domaine de températures et de contraintes. Dans le cas où le fluage secondaire est prépondérant sur le fluage tertiaire, dans le cas des ruptures inter-granulaires, le temps à la rupture t_r est constitué en grande partie de la durée du stade de fluage secondaire ; la relation (1.14) reste fiable. L'hypothèse de Monkman-Grant revient donc à assimiler le fluage au stade stationnaire, en négligeant les stades extrêmes, primaire et tertiaire. Par contre, pour des matériaux présentant un large domaine de fluage tertiaire, l'utilisation de la relation de Monkman-Grant présente une grande dispersion sur les données de fluage. Dobes et Milicka [56] ont alors proposé de modifier la relation de Monkman-Grant (équation 1.15), pour réduire considérablement la dispersion des données.

$$\dot{\varepsilon}_m^{\alpha''} \cdot \frac{t_r}{\varepsilon_f} = C_{MMG} \quad (1.15)$$

Où C_{MMG} et α'' sont des constantes, ε_f est la déformation à la rupture.

Les relations de Monkman-Grant et de Monkman-Grant modifiée ont significativement contribué au développement des modèles de rupture par fluage [57]. Mais ces relations ne décrivent pas l'évolution de l'endommagement car elles mettent en relation la vitesse de déformation et le temps à la rupture. La relation entre la déformation au cours du fluage et l'endommagement est décrite par le concept de la mécanique de l'endommagement continu

par fluage [57]. Dans cette approche, l'endommagement est considéré comme une variable d'état interne. Il est représenté par le facteur λ' qui est le facteur de tolérance de l'endommagement au fluage défini par l'équation (1.16) [58], [59]. Ashby et Dyson [58] ont posé les bases physiques de la mécanique de l'endommagement continu par fluage et ont démontré que chaque micro mécanisme d'endommagement résulte de la valeur caractéristique de λ' :

$$\lambda' = \frac{\varepsilon_f}{\dot{\varepsilon}_m t_r} \quad (1.16)$$

1.2 Essai de relaxation

1.2.1 Généralités

Lors d'une sollicitation en traction d'un matériau, ce dernier se déforme instantanément après chargement. Si la déformation est maintenue constante au cours du temps, on constate que la contrainte interne décroît avec le temps ; c'est le phénomène de relaxation de la contrainte. On peut donc définir l'essai de relaxation de la contrainte comme étant une méthode d'analyse de la viscoélasticité linéaire qui consiste à maintenir une déformation constante et à étudier la réponse du matériau en contrainte au cours du temps.

L'essai de relaxation se décompose en deux étapes (Figure 1-5) et le phénomène observé est important pour les métaux soumis à des températures supérieures à $0,2T_f$, T_f étant la température de fusion du matériau :

- La première partie consiste en la mise en charge de manière progressive jusqu'à atteindre une déformation de relaxation ε_0 et une contrainte initiale de relaxation σ_0 . Dans le cas d'un essai idéal, cette déformation serait atteinte instantanément.
- La deuxième étape représente la relaxation proprement dite où on observe la décroissance de la contrainte en fonction du temps.

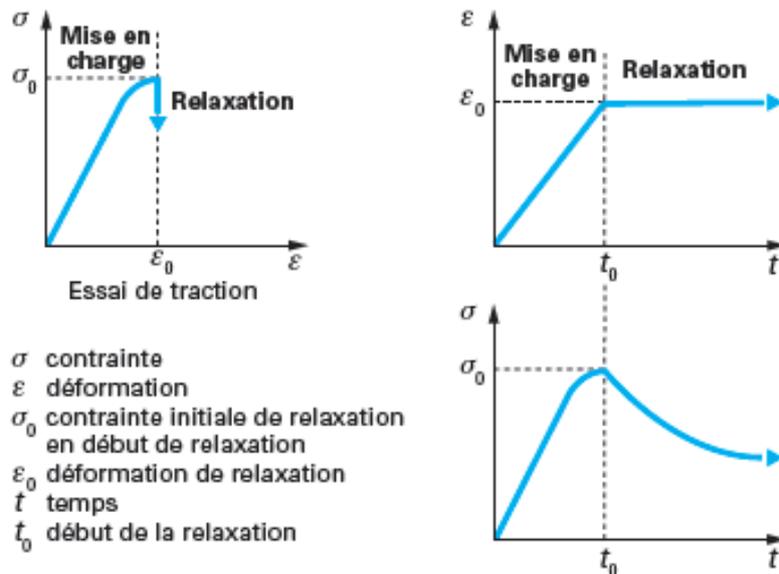


Figure 1-5 Essais de relaxation [60]

Pendant l'essai de relaxation, la déformation ε_0 reste constante au cours du temps. En réalité, cette déformation totale notée $\varepsilon_t = \varepsilon_0$ se décompose en un terme plastique ε_p et un terme élastique ε_e qui varient tous les deux au cours du temps alors que leur somme reste constante comme indiqué par la relation suivante :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_p + \varepsilon_e = Cte \quad (1.17)$$

Dans ces conditions, en dérivant l'équation (1.17) par rapport au temps, il est possible d'exprimer la vitesse de déformation plastique comme étant l'opposée de la vitesse de déformation élastique :

$$\dot{\varepsilon}_t = \dot{\varepsilon}_p + \dot{\varepsilon}_e = 0 \quad \Rightarrow \dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e \quad (1.18)$$

Par ailleurs, la contrainte d'écoulement σ nécessaire pour le mouvement des dislocations peut s'écrire comme la somme de deux termes (**Equation 1.19**) : un terme athermique appelé contrainte interne σ_i qui correspond à une interaction de longue portée avec les obstacles de grande taille et un terme thermique appelé contrainte effective σ_e qui correspond à une interaction à courte portée avec les obstacles localisés [61].

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_e \quad (1.19)$$

Pendant la relaxation de la contrainte, la contrainte interne est supposée être constante. Dans ce cas, la relaxation observée sera celle de la contrainte effective. En dérivant l'équation (1.19), on obtient :

$$\dot{\sigma} = \dot{\sigma}_e \quad (1.20)$$

La déformation élastique est reliée à la contrainte σ par la relation de Hooke [62] suivante :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon_e \quad (1.21)$$

Donc,

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e = -\frac{\dot{\sigma}}{E} = -\frac{\dot{\sigma}_e}{E} \quad (1.22)$$

La courbe de relaxation peut être représentée sous deux formes, soit la contrainte ou la contrainte normalisée en fonction linéaire du temps (Figure 1-6.a) ; ou alors la contrainte ou la contrainte normalisée en fonction logarithmique du temps (Figure 1-6.b). Cette dernière représentation de la courbe de relaxation se fait généralement pour des essais de longue durée.

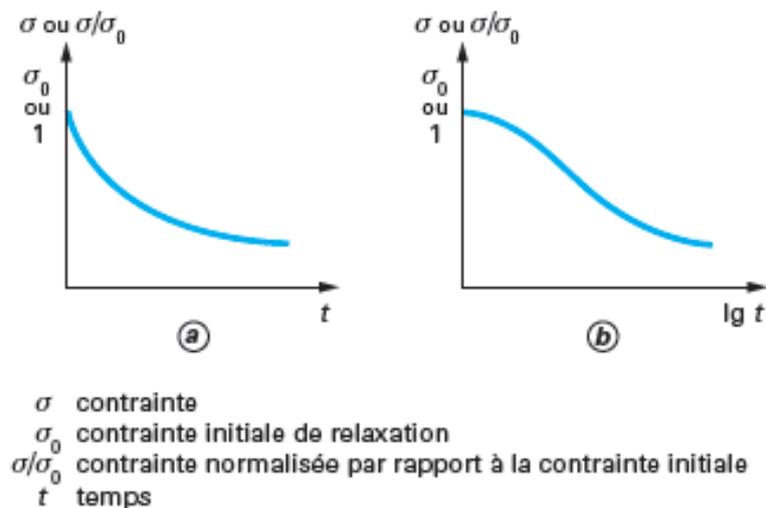


Figure 1-6 Représentation de la courbe de relaxation (a) Contrainte σ ou contrainte normalisée $\frac{\sigma}{\sigma_0}$ en fonction de t ; (b) Contrainte σ ou contrainte normalisée $\frac{\sigma}{\sigma_0}$ en fonction de $\log(t)$. [60]

1.2.2 Interprétation de la courbe de relaxation

De manière générale, la courbe de relaxation est décrite par une équation donnant l'évolution de la contrainte de relaxation en fonction du temps. Il existe plusieurs équations de relaxation de la contrainte qui sont toutes déterminées en intégrant l'expression de la vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p$ [63]. En considérant l'expression physique de la loi d'écoulement d'Orowan [64]–[67], $\dot{\epsilon}_p$ est donnée par :

$$\dot{\epsilon}_p = \varphi \cdot b \cdot \rho_m \cdot \bar{v} \quad (1.23)$$

Où φ est une constante, ρ_m est la densité de dislocations mobiles supposée constante, b est le vecteur de Burgers et \bar{v} est la vitesse moyenne de mouvement des dislocations.

Cependant, la vitesse moyenne de dislocation est liée à la contrainte effective σ_e et peut s'écrire sous plusieurs formes :

- ❖ Dans le cas où le mouvement des dislocations est thermiquement activé, l'expression de la vitesse moyenne de dislocation prend la forme d'une équation de type Arrhenius :

$$\bar{v} = v_0 \cdot \exp\left[-\frac{\Delta G_0 - V^* \cdot \sigma_e}{k \cdot T}\right] \quad (1.24)$$

Où v_0 est un facteur pré exponentiel, ΔG_0 est l'énergie d'activation correspondant à une contrainte nulle, V^* est le volume d'activation, k est la constante de Boltzmann et T la température absolue.

En remplaçant l'équation (1.24) dans l'équation (1.23) et en intégrant [63], [68], [69], on retrouve l'équation logarithmique (Equation (1.25)) proposée par Feltham [70] qui permet de décrire la courbe de relaxation de la contrainte au cours du temps sous la forme :

$$\sigma(t) = \sigma(0) - \alpha_1 \cdot \ln(1 + \beta_1 \cdot t) \quad (1.25)$$

Où $\sigma(0)$ est la contrainte au début de la relaxation, β_1 et α_1 sont des constantes.

- ❖ Lors de l'étude de l'influence directe de la contrainte sur la vitesse moyenne de dislocation, deux équations empiriques principales exprimant la vitesse moyenne de dislocation \bar{v} en fonction de la contrainte effective σ_e ($\bar{v} - \sigma_e$) ont été proposées par Johnston et Gilman [71] et par Gilman [72]. La première est donnée par :

$$\bar{v} = v_0 \cdot \left(\frac{\sigma_e}{\sigma_{e_0}}\right)^{m^*} \quad (1.26)$$

Où σ_{e_0} , m^* et v_0 sont des constantes du matériau à une température donnée;

Et la seconde par :

$$\bar{v} = v_0 \cdot \exp\left(-\frac{D}{\sigma_e}\right) \quad (1.27)$$

Où D est une constante du matériau à une température donnée.

A partir de l'expression de la vitesse de dislocation donnée par Johnston et Gilman (Equation (26)) et en intégrant l'équation (23), Gupta et Li [73] ont obtenu l'équation suivante, de forme hyperbolique, qui décrit la courbe de relaxation de la contrainte :

$$\sigma_e(t) = \sigma(t) - \sigma_i = K \cdot (t + a)^\gamma \quad (1.28)$$

$$\text{Où } \gamma = \frac{1}{m^* - 1} \text{ et } K = \left[(m^* - 1) \cdot \frac{E \cdot \varphi \cdot b \cdot \rho_m \cdot v_0}{(\sigma_{e_0})^{m^*}} \right]^{-\gamma}$$

- ❖ Dans le cas des mouvements visqueux, l'équation de la vitesse moyenne de dislocation en fonction de la contrainte effective est donnée par :

$$B_1 \cdot \bar{v} = \sigma_e \cdot b \quad (1.29)$$

Où B_1 est la constante de trainée visqueuse.

L'équation (1.29) permet de déterminer l'expression suivante qui décrit la courbe de relaxation de la contrainte :

$$\sigma_e(t) = \sigma(t) - \sigma_i = \sigma_e(0) \cdot \exp\left(\frac{E \cdot \varphi \cdot b^2 \cdot \rho_m}{B} \cdot t\right) \quad (1.30)$$

Où $\sigma_e(0)$ est la contrainte effective à $t = 0$

1.3 Extrapolation du fluage à partir des données de relaxation

L'étude du comportement mécanique par des essais classiques tels que le fluage reste nécessaire pour le choix des matériaux amenés à résister à des conditions extrêmes de température et de pression. Ainsi, compte tenu de la norme ISO et ASME sur la fiabilité des mesures et les prévisions assez précises du comportement à long terme, cette technique reste tout de même consommatrice de temps ; car les normes recommandent d'effectuer les essais de fluage pendant un temps équivalent à un tiers de la durée de vie des matériaux (qui vaut généralement 100 000 heures pour les aciers). L'existence de diverses méthodes d'extrapolation à partir d'essais de fluage de courte durée [47], [48], [50], [51] présente aussi quelques limites. Elles nécessitent un grand nombre d'essais de fluage qui durent chacun plusieurs semaines ou plusieurs mois, et les données obtenues après extrapolation présentent dans un certain nombre de cas une large dispersion.

L'essai de relaxation de contrainte à court terme, qui permet de déterminer la résistance à la relaxation d'un matériau, a été proposé comme alternative pour retrouver le comportement au fluage. Cet essai a tous les attributs de la déformation par fluage [2] et permet de couvrir un large domaine de contraintes et de vitesses de déformation plastique à partir d'un seul essai. Plusieurs travaux ont été effectués avec l'objectif de retrouver les propriétés de fluage des matériaux à partir des données issues des essais de relaxation [2], [17], [19], [74]–[76]. La relation entre les essais de relaxation et de fluage est basée sur la déformation totale qui dépend des déformations plastique et élastique (Equation (1.17)). En introduisant la loi de Hooke [62] dans l'équation (1.18), on obtient la relation entre la vitesse de relaxation de la contrainte et la vitesse de déformation plastique (équation (1.22)). La vitesse de déformation plastique obtenue à partir de cette relation est comparable à la vitesse de fluage à l'état stationnaire [18], [76]. On peut ainsi retrouver à partir de cette relation le coefficient de sensibilité à la contrainte n du matériau, en traçant dans un repère $\log - \log$ la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte (loi puissance de Norton [77]).

L'essai de relaxation de la contrainte et l'essai de fluage présentent des historiques de déformation différents. En effet, la vitesse de déformation plastique pendant le fluage stationnaire est attribuée à l'équilibre entre la vitesse de génération des dislocations contribuant à l'écrouissage (causé par la contrainte constante) et la restauration thermiquement activée [17]. Les mécanismes contrôlant l'écrouissage et la restauration sont

associés majoritairement aux processus de dislocation et de diffusion. Cependant, durant l'essai de relaxation de la contrainte, la génération des dislocations et la restauration ne se produisent pas au même moment ; le premier se produit durant la phase transitoire lorsque la déformation constante est appliquée. Après cette étape, la montée des dislocations disparaît et laisse place au processus de restauration. La différence de mécanisme de déformation entre les deux types d'essais prouve que la relation d'équivalence entre la vitesse de fluage à l'état stationnaire et la vitesse de déformation plastique en relaxation ne peut pas être valide pour tout niveau de contrainte. Beddoes et Mohammadi [74] ont comparé les vitesses de déformations plastiques des essais de relaxation et de fluage du superalliage IN738LC. Ils ont remarqué que ces vitesses étaient équivalentes uniquement pour des contraintes situées entre 500 et 575MPa. Les travaux de Chandler [76] sur le cuivre allant dans le même sens ont montré que les vitesses de déformations étaient équivalentes à haute température. Ceci est d'autant plus vérifié que le mécanisme de déformation prédominant, à haute température est le processus de diffusion dans les deux types d'essais.

Morscher et DiCarlo [78] ont proposé l'expression suivante qui donne la déformation au fluage ε_C comme fonction de la contrainte normalisée, $\chi = \frac{\sigma(t)}{\sigma(0)}$, par rapport à la contrainte initiale au début de l'essai de relaxation :

$$\varepsilon_C(t) = \varepsilon_e(t) \cdot \left[\left(\frac{1}{\chi} \right) - 1 \right] = \left[\frac{\sigma(t)}{E} \right] \cdot \left[\left(\frac{1}{\chi} \right) - 1 \right] \quad (1.31)$$

Une autre méthode permettant également de retrouver les propriétés au fluage par l'essai de relaxation est l'application de la théorie de Hart [20], [79] sur les déformations plastiques pour obtenir le paramètre μ qui permet de tracer la courbe maîtresse de Hart.

1.3.1 Modèle de Hart

Pour étudier le comportement en relaxation, Hart [20], [79] a développé une théorie pour initialement décrire la déformation plastique intragranulaire d'un solide polycristallin soumis à une traction monotone. Ce modèle est fondé sur l'existence d'une relation constitutive reliant la contrainte, σ , la vitesse de déformation non élastique, $\dot{\varepsilon}$, avec le paramètre de dureté, σ^* , qui gouverne le comportement inélastique du matériau.

$$F(\sigma, \dot{\varepsilon}, \sigma^*) = 0 \quad (1.32)$$

Le modèle proposé par Hart pour décrire la déformation plastique est constitué de trois éléments représentant chacun un type de déformation (Figure 1-7) :

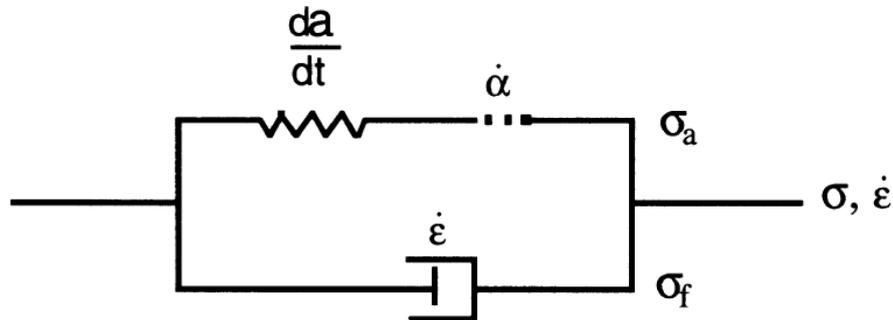


Figure 1-7 *Modèle rhéologique de Hart [79]*

La vitesse de déformation totale dans le matériau sera donnée par :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\alpha} + \frac{da}{dt} \quad (1.33)$$

Où $\dot{\alpha}$ et $\frac{da}{dt}$ représentent les vitesses de déformation plastique et anélastique respectivement.

Et la contrainte appliquée par :

$$\sigma = \sigma_a + \sigma_f \quad (1.34)$$

Où $\sigma_a = \psi \cdot a$ et σ_f sont respectivement la contrainte générée par la déformation anélastique accumulée et la contrainte de friction et ψ le module d'anélasticité.

Le modèle proposé par Hart conduit à des équations d'état qui ne dépendent ni du matériau ni de son histoire thermique [79].

- $\ln \left[\frac{\sigma^*}{\sigma} \right] = \left[\frac{\dot{\epsilon}^*}{\dot{\epsilon}} \right]^\lambda \quad (1.35)$
- $\dot{\epsilon}^* = \left(\frac{\sigma^*}{G} \right)^{m_1} \cdot f \cdot \exp(-Q/RT)$

Où λ et m_1 sont des constantes du matériau. $m_1 \cong 4,5$ et $\lambda \cong 0,15$ pour plusieurs matériaux. f est un paramètre de fréquence, $\dot{\epsilon}^*$ est un paramètre dépendant de la vitesse de déformation

- $\dot{\epsilon} = \dot{\alpha} \cdot \left(\frac{\sigma_f}{G} \right)^M = \dot{\alpha} \cdot \left(\frac{\sigma - \sigma_a}{G} \right)^M \quad (1.36)$

Où M est une constante. A basse température, $\sigma_a = \sigma^*$.

Ces équations permettent de décrire les courbes $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ obtenues en relaxation ou en fluage selon que la concavité de la courbe soit de type D (tournée vers le bas) ou de type U (tournée vers le haut).

Dans son énoncé, Hart constate que les courbes $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ obtenues en relaxation ou en contrainte présentent une relation d'échelle [80]–[85]. Il propose une méthodologie permettant de tracer une courbe maîtresse unique représentative du comportement global du matériau. Les courbes présentant une relation d'échelle (Figure 1-8.a) peuvent être superposées par translation, de vecteur $(\Delta \log \sigma - \Delta \log \dot{\epsilon})$, sur n'importe quelle autre courbe. La translation doit s'effectuer en superposant les points de chaque courbe qui ont la même pente (Figure 1-8.b). La courbe maîtresse est ainsi construite (Figure 1-9) pour chaque matériau. Elle est finalement constituée de plusieurs segments représentant chacun une des courbes translatées. La pente de la droite de translation a pour expression $\mu = \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}}$.

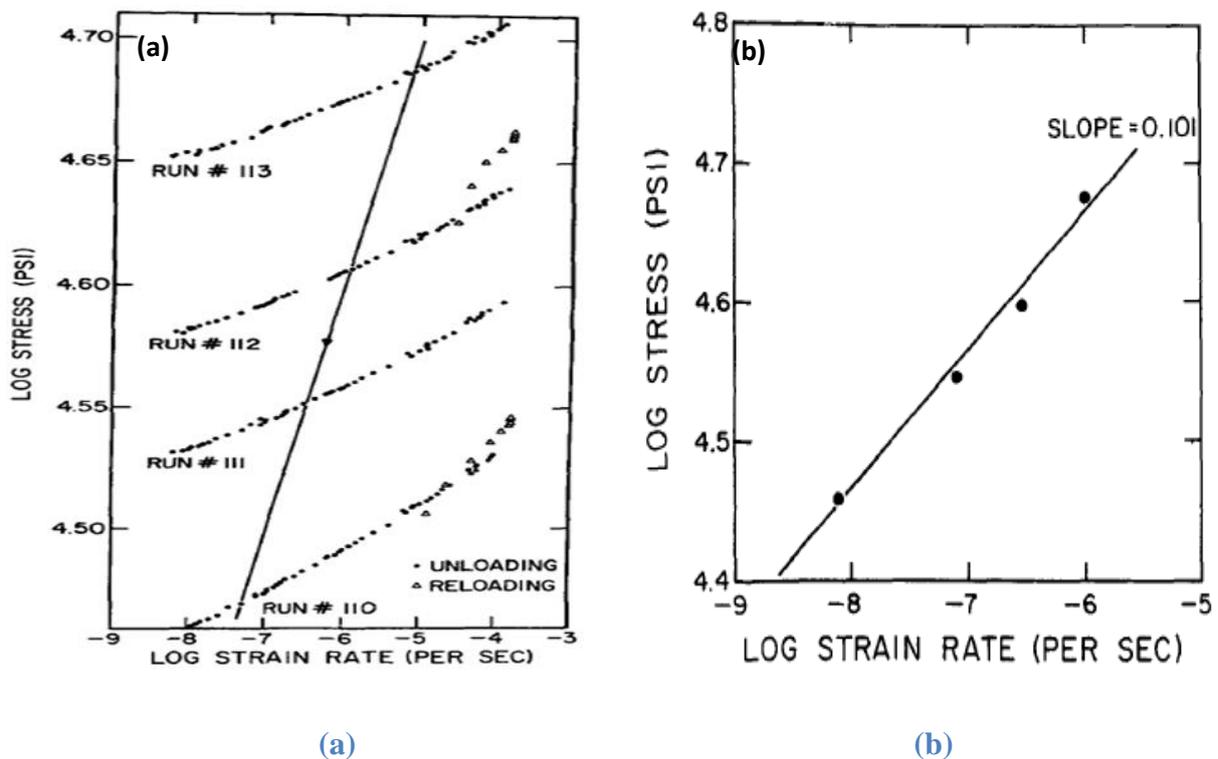


Figure 1-8 (a) $\ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}$: Relaxation de l'acier inox 304 à différents taux de déformation; (b) Points possédant la même valeur de a pente [80]

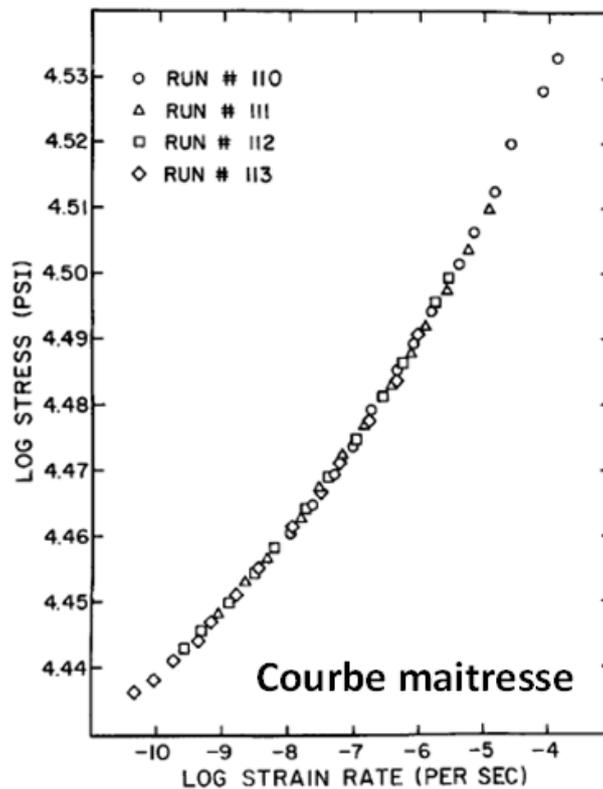


Figure 1-9 Courbe maîtresse de l'acier inox 304 construite selon le modèle de Hart.[80]

Par conséquent, la courbe maîtresse permet de couvrir un domaine de vitesse de déformation plus large que celui obtenu à l'aide d'une seule courbe. Plusieurs auteurs [20], [80], [82], [83] ont montré que l'inverse de la pente de translation ($1/\mu$) obtenue à partir des essais de relaxation de la contrainte pour un matériau était équivalent au coefficient de sensibilité à la contrainte obtenu par fluage. On voit ainsi en la méthode de Hart un moyen prometteur de déterminer les propriétés de fluage à partir des essais de relaxation.

2 Fluage et relaxation par indentation

Malgré les méthodes d'extrapolation proposées par Larson et Miller, par Dorn etc..., pour les essais de fluage et même de relaxation, ces deux types d'essais restent toujours consommateurs de temps. Dans cette partie nous présentons l'étude du comportement au fluage et à la relaxation par la technique d'indentation moyen de s'affranchir dans certains cas de la durée d'essais que nous offrent les deux types d'essais effectués en classique. Nous commencerons dans un premier temps par présenter l'essai d'indentation puis les deux techniques proprement dites.

2.1 L'indentation pour étudier le fluage et la relaxation

L'indentation est une technique de mesure des propriétés mécaniques utilisée depuis plus d'un siècle pour déterminer principalement la dureté et le module d'élasticité des matériaux. Les premiers essais de dureté ont été effectués par rayage au début des années 1800 par Mohs [86] pour étudier les minéraux. Il proposa une classification des minéraux selon leur dureté, qui est connue et encore utilisée aujourd'hui sous l'appellation d'échelle de Mohs. C'est au 19ème siècle que le premier essai de dureté sur les métaux a été mis en œuvre par l'ingénieur suédois Brinell [87]. Il a imaginé de placer une bille entre deux échantillons prélevés sur deux lots et il a ensuite placé le tout dans un étai (Figure 1-10). La charge étant identique de chaque côté, la surface de l'empreinte lui a permis d'identifier aisément le plus dur des deux échantillons [88]. Plus tard d'autres chercheurs ont développé d'autres types d'essais de dureté qui portent leur nom : Berkovich, Vickers, Knoop... En 1951, les études de Tabor sur l'évolution de la pression de contact dans le domaine plastique établissent les fondements de la discipline [89].

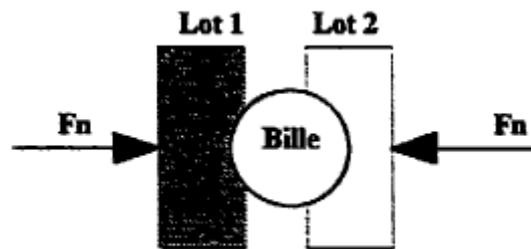


Figure 1-10 Principe du premier test de dureté mis en œuvre par Brinell [88].

A partir des années 80, l'indentation instrumentée apparaît et conduit à l'essor de cette technique de caractérisation mécanique des surfaces. Son principe consiste à enfoncer sous l'action d'une charge donnée un indenteur plus dur que le matériau à tester, tout en enregistrant le déplacement et la force appliquée en fonction du temps. La dureté H du matériau est déterminée en faisant le rapport de la charge maximale P appliquée sur la surface A_c de l'empreinte résiduelle laissée par la pointe après son retrait :

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (1.37)$$

Pendant l'essai d'indentation instrumentée on enregistre la courbe charge déplacement (Figure 1-11) qui est la courbe d'indentation. Elle comporte une partie chargement où la charge augmente en fonction du déplacement de l'indenteur suivi par une phase de

déchargement qui correspond au retrait de l'indenteur. C'est dans les années 80 que les premiers travaux en indentation, menés par Bulychev et al. [90], [91] portent sur la détermination du module d'élasticité. En se basant sur le modèle de contact élastique proposé par Sneddon [92], Oliver et Pharr [3] proposent l'expression de la pente S de la partie supérieure de la courbe de décharge qui permet de déterminer le module d'élasticité du matériau à partir de la relation suivante :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot E_r \cdot \sqrt{A_c} \quad (1.38)$$

Où S est la mesure expérimentale de la raideur, E_r est le module réduit et A_c l'aire projetée du contact élastique.

Le module d'élasticité peut être retrouvé à partir de l'expression suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (1.39)$$

Où E et ν sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau et E_i et ν_i sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'indenteur.

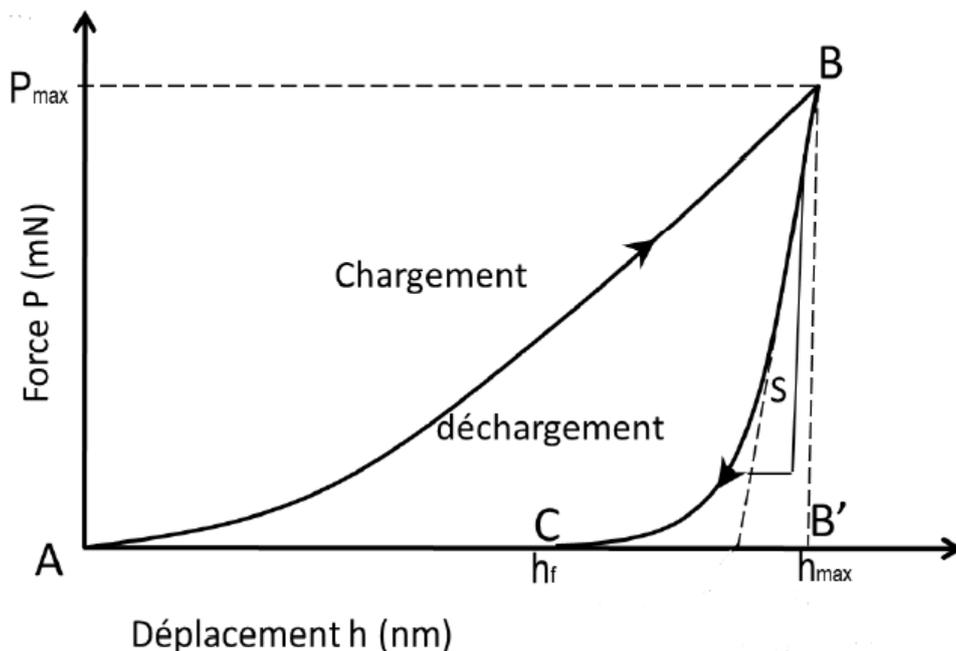


Figure 1-11 Courbe charge déplacement en indentation instrumentée

2.2 Fluage par indentation

2.2.1 Généralités

Depuis quelques décennies, le comportement au fluage des matériaux est étudié par la technique d'indentation pour réduire la durée des essais comparé aux essais classiques de fluage qui sont très consommateurs de temps. Le développement de l'instrumentation en indentation et l'évolution des conditions d'application de la charge et du déplacement de l'indenteur ont contribué à l'essor de cette technique de caractérisation. Pendant l'essai de fluage par indentation, l'indenteur pénètre la surface de l'échantillon avec une vitesse de chargement constante. Lorsque la charge maximale P_{max} est atteinte, on maintient l'indenteur à cette charge maximale pendant un temps t donné, appelé temps de fluage ou temps de maintien. La période de maintien est suivie d'un déchargement et du retrait de l'indenteur de la surface de l'échantillon. La courbe charge déplacement ($P - h$) obtenue dans ces conditions est présentée sur la Figure 1-12.a. On constate que pendant le maintien à la charge maximale, l'indenteur continue de s'enfoncer dans le matériau ce qui se traduit par un palier à la charge maximale. La longueur totale du palier ($h = h_{max} - h_0$) représente la réponse au fluage du matériau pendant l'essai de fluage par indentation. A partir des données issues pendant ce maintien, on peut tracer la courbe donnant l'évolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps ($h - t$). C'est la courbe type de fluage par indentation. Elle est donnée par la Figure 1-12.b où on peut observer clairement deux étapes du fluage.

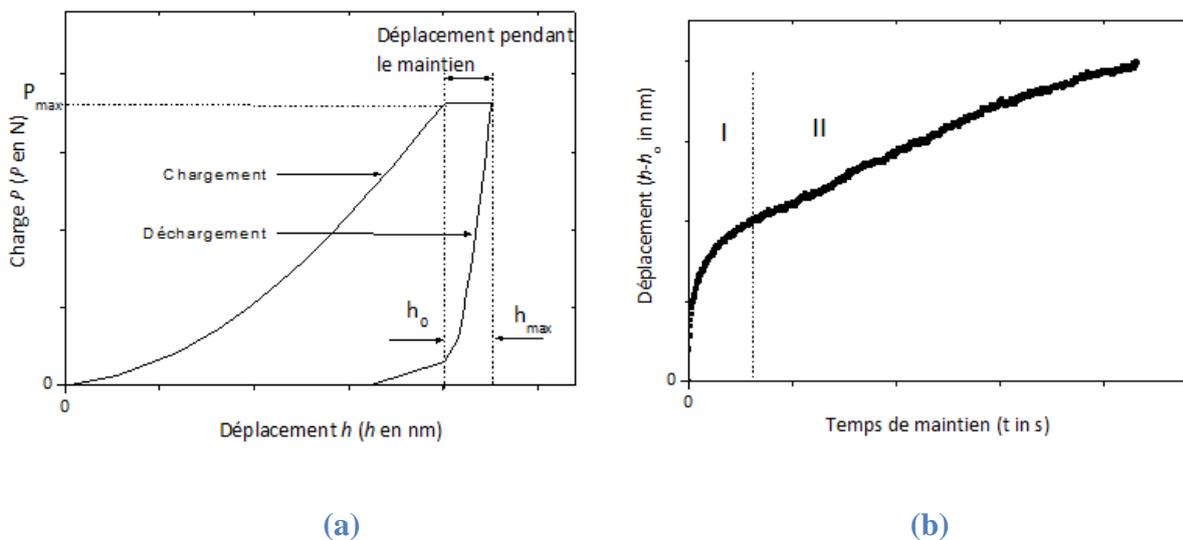


Figure 1-12 (a) Courbes typiques représentant la variation de la charge avec le déplacement de l'indenteur au cours de l'essai de fluage ; (b) Courbe de fluage par indentation : déplacement de l'indenteur en fonction du temps de maintien.

La première étape correspond au fluage primaire ou transitoire où le déplacement de l'indenteur croît rapidement en fonction du temps, avec une décroissance de la vitesse de pénétration qui tend vers une valeur minimale constante. La deuxième partie qui correspond au fluage secondaire ou stationnaire se caractérise par une croissance linéaire du déplacement en fonction du temps. Il est important de souligner que contrairement à la courbe de fluage classique (Figure 1-12), on n'observe pas de fluage tertiaire en indentation car ce stade correspond à une augmentation rapide de la vitesse de fluage qui conduit à la rupture du matériau ; or en indentation il n'y a pas rupture du matériau.

La technique est particulièrement avantageuse dans la mesure où elle nécessite des échantillons de petites tailles, une préparation des échantillons moins contraignante, des durées d'essai plus courtes, elle est non destructive, la mise en œuvre est plus simple, et la mesure se fait à un niveau très localisé.

2.2.2 Analyse de la courbe de fluage par indentation

Dans la littérature, deux approches sont proposées pour décrire la variation du déplacement de l'indenteur en fonction du temps (Figure 1-12.b). La première approche est basée sur les lois descriptives ou phénoménologiques du fluage [8], [10], [11] et la seconde utilise des lois rhéologiques pour décrire le fluage par indentation [9], [13].

➤ Lois descriptives ou phénoménologiques :

Cette approche est généralement représentée par une loi puissance ou polynomiale entre la vitesse de déformation plastique et la contrainte appliquée. En considérant l'essai classique de fluage, le comportement au fluage des matériaux à l'état stationnaire est décrit par la loi en puissance de Norton (équation (1.6)) qui donne la vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}$, en fonction de la contrainte, σ , à température constante :

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma^n \quad (1.6)$$

Où A' est un paramètre dépendant du matériau, σ la contrainte de fluage et n le coefficient de sensibilité à la contrainte.

Le coefficient n est souvent utilisé comme indicateur du mécanisme de fluage prédominant pendant l'essai. Par exemple, $n = 1$ lorsque le fluage est gouverné par la diffusion des atomes

(fluage Nabarro-Herring et fluage Coble). Lorsque $n = 2$, le fluage est principalement contrôlé par le glissement aux joints de grains. Pour n compris entre 3 et 8, le fluage est gouverné par le mouvement des dislocations [93].

Pour établir l'analogie entre le fluage classique et le fluage par indentation, il faut relier la contrainte de fluage à la dureté mesurée par indentation. Pour cela, Tabor [89] propose l'expression de la contrainte en fonction de la charge d'indentation et de l'aire de contact avec l'équation (1.40) :

$$\sigma = \frac{H}{C} = \frac{P}{C.A_c} \quad (1.40)$$

Où H est la dureté, P la charge d'indentation et C la constante de Tabor.

De plus, Mayo et Nix [94] proposent de relier la vitesse de déformation au déplacement de l'indenteur de la manière suivante :

$$\dot{\epsilon}_{p_{ind}} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{h} \cdot \frac{dh}{dt} \quad (1.41)$$

Où \dot{h} est la vitesse de déplacement de l'indenteur et h le déplacement de l'indenteur.

En considérant les relations précédentes Mahmudi et al. [11] proposent l'expression suivante du déplacement en fonction du temps et de la charge d'indentation :

$$h(t) = [A_2 \cdot (2m + 1) \cdot P^m \cdot t + A_3]^{\frac{1}{(2m+1)}} \quad (1.42)$$

Où A_2 et A_3 sont des constantes dépendant du matériau, P est la charge d'indentation et m est un exposant représentatif de l'état stationnaire.

Dans l'objectif de simplifier l'équation (1.42), Mahmudi et al. ont proposé une relation simplifiée du déplacement de l'indenteur pendant le fluage :

$$h(t) = h_0 + k_1 \cdot t^{\frac{1}{(2m+1)}} \quad (1.43)$$

Où h_0 est la profondeur de déplacement de l'indenteur au début du palier à la charge maximale (Figure 1-12.a) et k_1 est une constante dépendant du matériau.

Il est important de noter que les exposants n de l'équation (1.6) et m des équations (1.42) et (1.43) sont liés simplement par la relation suivante :

$$n = \frac{1}{m} \quad (1.44)$$

Où m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

Dans le même ordre d'idée, en analysant le comportement au fluage sous chargement constant pendant l'essai de nano indentation, Chinh et Szommer [10] ont proposé la relation mathématique suivante entre le déplacement de l'indenteur et le temps de maintien :

$$h(t) = Q \cdot (t - t_c)^{\frac{m'}{2}} \quad (1.45)$$

Où Q , t_c et m' sont les constantes d'ajustement.

Dans cette équation, le paramètre m' est équivalent au paramètre m défini par Mahmudi. t_c prend en compte les paramètres h_0 et t_0 qui caractérisent le début du fluage. Dans ces conditions, il n'est pas important de connaître ces derniers lorsqu'on utilise ce modèle pour déterminer le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m' . Chinh et Szommer ont montré que le paramètre t_c peut prendre une valeur négative pour les matériaux possédant un faible coefficient de sensibilité à la déformation et une faible ductilité. En effet, un faible coefficient de sensibilité à la déformation et une faible ductilité conduisent à une faible vitesse de pénétration de l'indenteur. Ils obtiennent le résultat à partir de l'expression de t_c [10].

Cependant, l'équation (1.45) a été validée sur plusieurs matériaux (voir Tableau 1-1) pour lesquels les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées par fluage par indentation sont similaires et comparables à celles obtenues par fluage classique (traction).

Matériau (taille des grains)	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminé par indentation en utilisant l'équation (1.45)	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminé par fluage classique
UFG Al-30wt%Zn (~400 nm)	0,20-0,21	0,19 - 0,24 [95]
Annealed Zn-22wt%Al (~2 µm)	0,18	0,12 - 0,15 [96]
UFG Zn-22wt%Al (~0,8µm)	0,27	0,25 - 0,30 [96]
UFG Al (~1,2 µm)	0,036	0,03 [97]
UFG Cu (~250 nm)	0,042	0,02 - 0,03 [98]
UFG Ni (~200 nm)	0,026	0,015 - 0,035 [98]

Tableau 1-1 Valeurs du Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation déterminé par fluage par indentation en utilisant l'équation (1.45) et celles obtenues par fluage classique.

En considérant l'équation (1.6), Choi et al. [8] ont déterminé le coefficient de sensibilité à la contrainte par fluage par indentation en ajustant la courbe ($h - t$) avec le modèle empirique suivant :

$$h(t) = h_0 + A \cdot t^p + B \cdot t \quad (1.46)$$

Où h_0 est la profondeur de pénétration de l'indenteur au début du palier à la charge maximale (Figure 1-12.a) ; A , B et n sont les paramètres d'ajustement dépendant du matériau.

De la même manière, Beake [12] a montré que la courbe de fluage par indentation peut être analysée par la fonction logarithmique suivante :

$$\frac{h(t)}{h_0} = \frac{D}{h_0} \cdot \ln\left(\frac{t}{\tau} + 1\right) \quad (1.47)$$

Où $\frac{D}{h_0}$ représente le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et τ est le temps de coupure.

➤ Modèles rhéologiques :

Cette approche basée sur les lois rhéologiques consiste à décrire le comportement au fluage au moyen de modèles rhéologiques en associant ressorts et amortisseurs en série et/ou en parallèle [99]–[104]. Les modèles généralement utilisés sont ceux de Maxwell à deux éléments, de Kelvin–Voigt à deux ou trois éléments et la combinaison de Kelvin, Voigt et Maxwell avec quatre éléments. Fischer-Cripps [13] a donné les solutions des modèles de Kelvin-Voigt et de Kelvin-Voigt-Maxwell pour un indenteur de forme conique. En utilisant plusieurs modèles, allant du simple modèle linéaire de Maxwell [101] au modèle de la loi en puissance [105] plusieurs auteurs ont proposé une formule importante dans le calcul de la raideur élastique et du déplacement élasto-plastique. D'autres assemblages de modèles rhéologiques élémentaires ont été suggérés par Kermouche et al. [106] ; ils ont associé plusieurs modèles de Maxwell en série ou en parallèle. Le modèle de Maxwell, pour les solides viscoélastiques linéaires et pour les solides vérifiant la loi en puissance, a été étendu pour les solides élastiques-viscoplastiques suivant la loi de Bingham-Norton [107]. Les données expérimentales sont généralement très bien représentées par ces modèles, mais le principal problème reste la signification physique attribuée aux paramètres représentatifs des ressorts et des amortisseurs, spécialement la relation entre le module d'élasticité du ressort et le module réduit. Chicot et Mercier [9] ont proposé alors une approche basée sur le modèle de Maxwell-Voigt où le ressort en série a été supprimé (Figure 1-13).

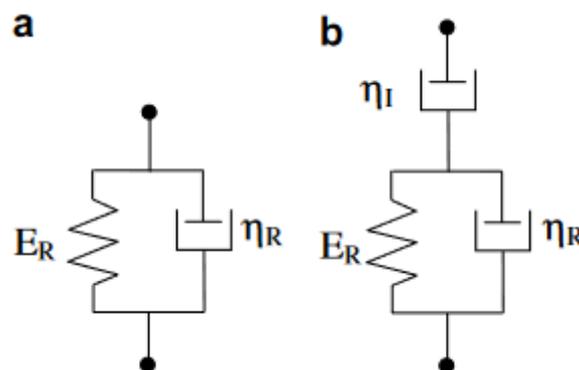


Figure 1-13 *Modèle de fluage viscoélastique linéaire : (a) Représentation du matériau; (b) Représentation du couple matériau/instrument.* [9]

Ils ont obtenu, pour un indenteur conique, deux équations dépendant chacune du type d'assemblage, soit l'assemblage de 2 éléments (**équation (1.48a)**) qui, représente uniquement

le matériau ou soit un assemblage de 3 éléments (**équation (1.48b)**) qui représente le couple matériau/instrument :

$$\frac{h(t)-h_0}{h_0} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_0^2} \cdot \left\{ \frac{1}{E_R} \cdot \left[1 - \exp\left(-t \frac{E_R}{\eta_R}\right) \right] \right\} \quad (1.48a)$$

$$\frac{h(t)-h_0}{h_0} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_0^2} \cdot \left\{ \frac{1}{E_R} \cdot \left[1 - \exp\left(-t \frac{E_R}{\eta_R}\right) \right] + \frac{t}{\eta_I} \right\} \quad (1.48b)$$

Où C est la constante de Tabor, E_R , η_R et η_I le module réduit du matériau, les coefficients de viscosité du matériau et de l'indenteur, respectivement. Dans ces équations, la constante C et les coefficients de viscosité sont les paramètres d'ajustement obtenus par lissage des points expérimentaux.

2.2.3 Mécanismes de fluage par indentation

Au cours de l'essai de dureté, lorsque l'indenteur est en appui à la surface de l'échantillon, ce dernier se déforme élastiquement. Par la suite, une zone de déformation plastique apparaît sous la surface à une certaine profondeur au cours du chargement : c'est la zone élastoplastique [89]. Lorsque la charge est plus élevée et, par conséquent, lorsque la profondeur de pénétration augmente, on plastifie le matériau. Johnson [108] a montré que la pression dans les domaines élastoplastique et plastique tend à devenir uniforme autour de l'indenteur. Le processus d'indentation est donc lié à la déformation plastique de la zone concentrique autour de l'indenteur sous l'effet de cette pression. La pression peut exercer, dans la zone concentrique, une contrainte sur les défauts présents causant ainsi le fluage. Il existe plusieurs mécanismes possibles permettant le phénomène de fluage par indentation. Li et al. [109] ont développé un modèle théorique à base physique pour décrire le phénomène de fluage par indentation. Ils sont partis des mécanismes à l'origine du fluage classique proposés par Frost et Ashby [110] et ont proposé les mécanismes de fluage par indentation suivants (Figure 1-14) :

- La dislocation (dislocation par glissement ou par montée)
- Fluage loi en puissance (montée et glissement)
- Fluage diffusion (diffusion intra et inter granulaire)

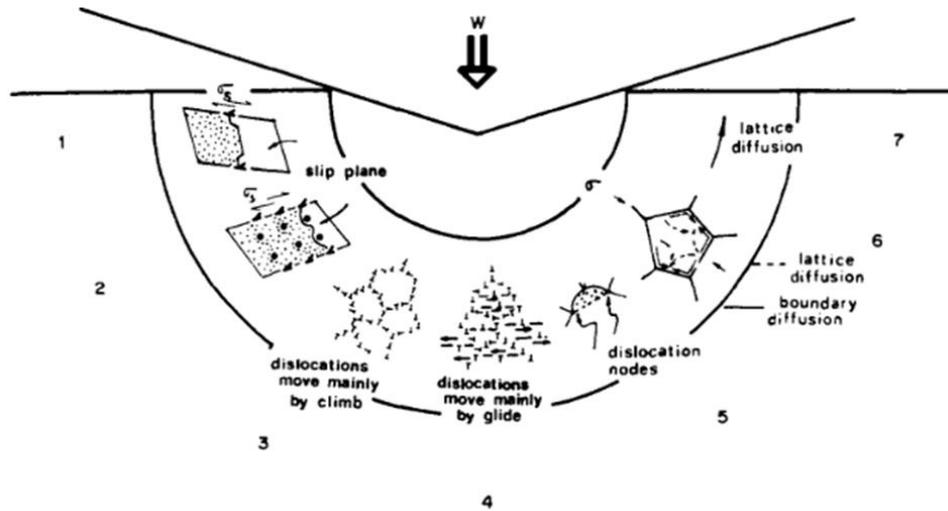


Figure 1-14 Mécanismes contribuant au fluage par indentation.[109]

Les travaux de Li et *al.* [109] ont été effectués sur plusieurs types de matériaux y compris des céramiques et sur une gamme de températures (allant de 300 K à la fusion). Les résultats de cette étude ont permis d'établir que le mécanisme principal responsable du fluage par indentation est la plasticité par glissement des dislocations. La prédominance de ce mécanisme sur toute la gamme de températures est due aux très fortes contraintes impliquées dans le fluage par indentation. Par ailleurs ce résultat dépend de la taille des grains qui constituent le matériau car pour des tailles de grains inférieures à 0,3-0,4 μm , le fluage par indentation est gouverné par le fluage par diffusion intergranulaire.

2.2.4 Influence de la forme de l'indenteur

En fluage classique, on mesure la déformation lorsque le matériau est soumis à une contrainte constante à une température donnée. En fluage par indentation, on mesure l'enfoncement de l'indenteur lorsque le matériau est soumis à une charge d'indentation constante. Dans ce cas, la contrainte d'indentation est déterminée en calculant le rapport de la charge d'indentation sur l'aire projetée de l'empreinte. Etant donné que pendant le maintien de la charge constante l'indenteur continue à s'enfoncer dans le matériau, la taille de l'empreinte augmente et, par conséquent, la contrainte d'indentation diminue. Donc en fluage par indentation la charge reste constante mais pas la contrainte, on peut donc observer la relaxation de la contrainte d'indentation. Ceci est vrai pour les indenteurs de forme sphérique et pyramidale. Bien que l'on puisse observer une relaxation de la contrainte au cours de l'essai avec ces deux types d'indenteur, on considère encore qu'il s'agit d'un essai de **Fluage par indentation** car il est réalisé sous une charge constante. Au-delà de tous les avantages qu'offre le fluage par

indentation de manière générale, cette technique permet à partir d'un seul essai d'obtenir la courbe $\log - \log$ de la vitesse de fluage en fonction de la contrainte.

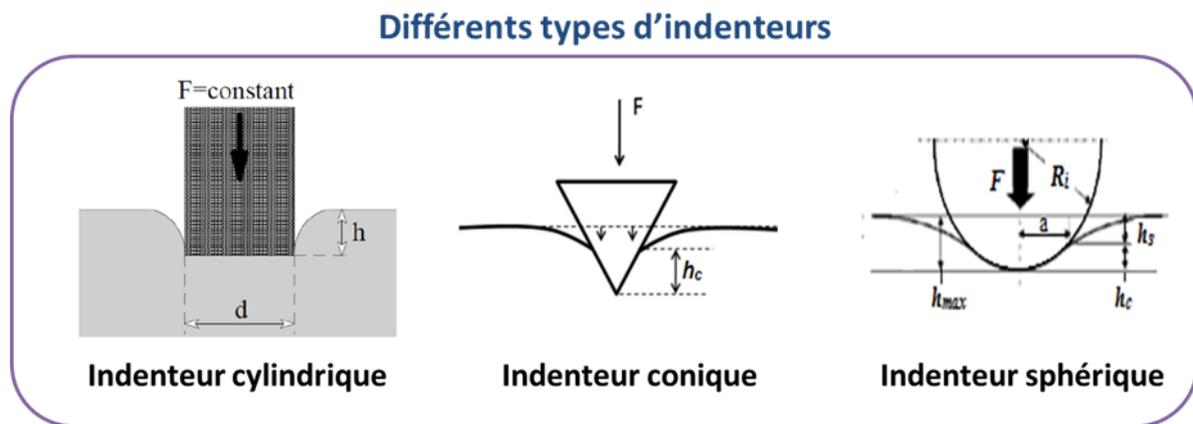


Figure 1-15 Différents types d'indenteurs.

En revanche, Chu et Li [111] ont montré en 1977 que lorsque l'indenteur est de forme cylindrique et que l'indentation est effectuée de telle sorte que l'axe du cylindre soit perpendiculaire à la surface de l'échantillon et sous chargement constant, la contrainte d'indentation reste cette fois-ci constante. En effet, pour un indenteur de forme cylindrique, lorsque la profondeur de pénétration augmente, l'aire de la surface projetée reste la même et donc le rapport de la charge sur la surface projetée de l'empreinte reste constant. Pour différencier ce type d'essai de fluage par indentation, à celui utilisant des pointes sphérique et pyramidale, Chu et Li ont décidé de l'appeler **impression creep**. Nous reprendrons donc ce terme dans la suite.

2.2.5 Impression creep

L'« impression creep » permet d'étudier le comportement au fluage d'un matériau par la technique d'indentation sous une contrainte constante. La courbe obtenue dans ce cas comporte les fluages primaire et secondaire comme celles obtenues par Chu et Li [111] sur le succinonitrile.

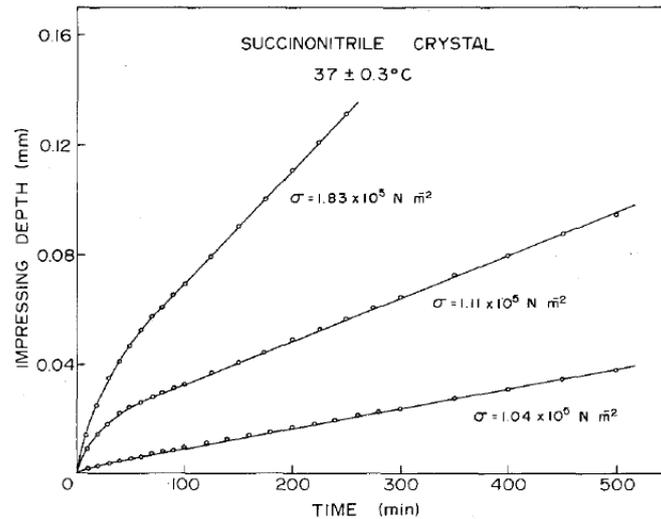


Figure 1-16 *Courbe de fluage du succinonitrile obtenue par impression creep.* [111]

Pour corréler ce type d'essai à l'essai de fluage classique, les expressions équivalentes de la contrainte et de la vitesse de déformation à l'état stationnaire établies à partir de la vitesse d'indentation à l'état stationnaire $v_s = \frac{dh}{dt}$ et de la pression sous l'indenteur $\mathcal{P} = \frac{4.P}{\pi.d^2}$ [112], [113] sont données par les relations suivantes :

$$\sigma = \frac{\mathcal{P}}{C} \quad (1.49)$$

Et

$$\dot{\epsilon} = \frac{v_s}{h} \quad (1.50)$$

Où h est la profondeur de pénétration, C est la constante de Tabor et vaut 3 pour les matériaux isotropes.

Plusieurs études ont porté sur la détermination des propriétés au fluage des matériaux à partir de l'« impression creep » [111], [114]–[118]. Il a été démontré que pour un indenteur cylindrique, la vitesse d'indentation pendant le fluage stationnaire est une fonction puissance de la contrainte équivalente appliquée [118]. Cette relation en puissance entre la vitesse d'indentation et la contrainte équivalente permet de tracer $\log \dot{\epsilon}$ en fonction de $\log \sigma$ et de remonter à la valeur du coefficient de sensibilité à la contrainte ; ou de retrouver l'énergie d'activation du matériau en traçant $\log \dot{\epsilon}$ comme fonction de l'inverse de la température.

Hyde et Sun [117] ont effectué des essais de fluage classique et d'impression creep sur l'acier inox 316 à 600°C et sur l'acier 2-1/4Cr1Mo à 640°C, ils ont représenté les points donnant la vitesse de fluage stationnaire en fonction de la contrainte pour chaque type d'essais (Figure 1-17). Ils constatent que les données obtenues pour les deux types d'essais sont superposables.

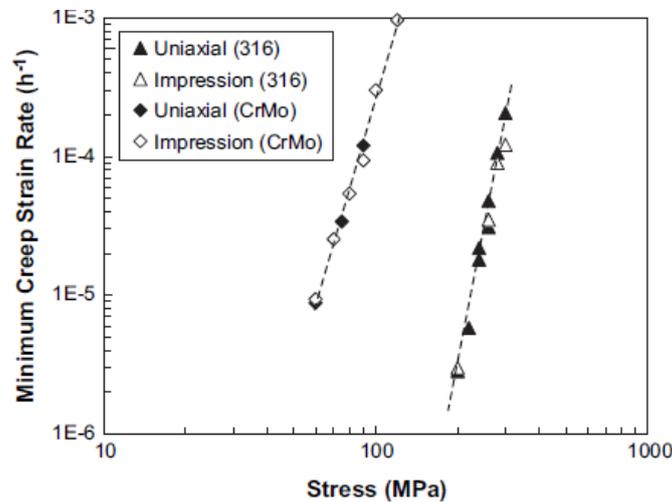


Figure 1-17 Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte pour l'acier inox 316 à 600°C et l'acier 2-1/4Cr1Mo à 640°C obtenues par fluage classique et par impression creep.[117]

2.3 Relaxation par indentation

2.3.1 Généralités

Pendant l'essai de relaxation par indentation, l'indenteur pénètre la surface de l'échantillon avec une vitesse de chargement constante jusqu'à atteindre une profondeur maximale. L'indenteur est alors maintenu à cette profondeur maximale pendant un temps donné suivi de la décharge. La Figure 1-18 représente la courbe charge-déplacement obtenue au cours de l'essai de relaxation de la charge d'indentation. On constate que pendant le maintien à la profondeur maximale, la charge diminue de P_{max} à P_{min} . La partie verticale de la courbe charge déplacement est utilisée pour déterminer le comportement à la relaxation du matériau utilisé.

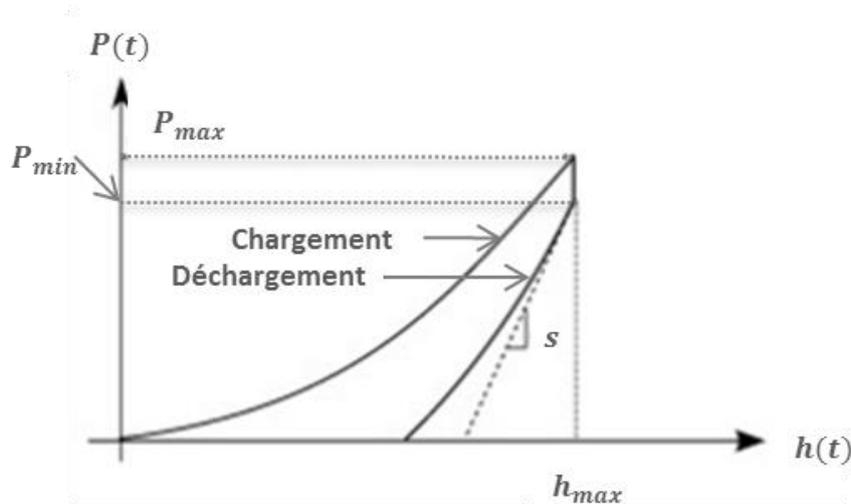


Figure 1-18 Courbes typiques représentant la variation de la charge P avec le déplacement de l'indenteur h au cours de l'essai de relaxation. [119]

2.3.2 Courbe de relaxation par indentation

La Figure 1-19 représente les courbes du déplacement et de la charge en fonction du temps. La première partie des deux courbes correspond au chargement où on observe l'augmentation de la charge et du déplacement de l'indenteur en fonction du temps. Dans la deuxième partie, le déplacement est maintenu constant et pendant ce temps on observe la diminution de la charge d'indentation : c'est la courbe type de relaxation par indentation. Elle a la même allure que la courbe de relaxation de la contrainte obtenue par les essais classiques et est caractérisée par la diminution de la charge au cours du temps.

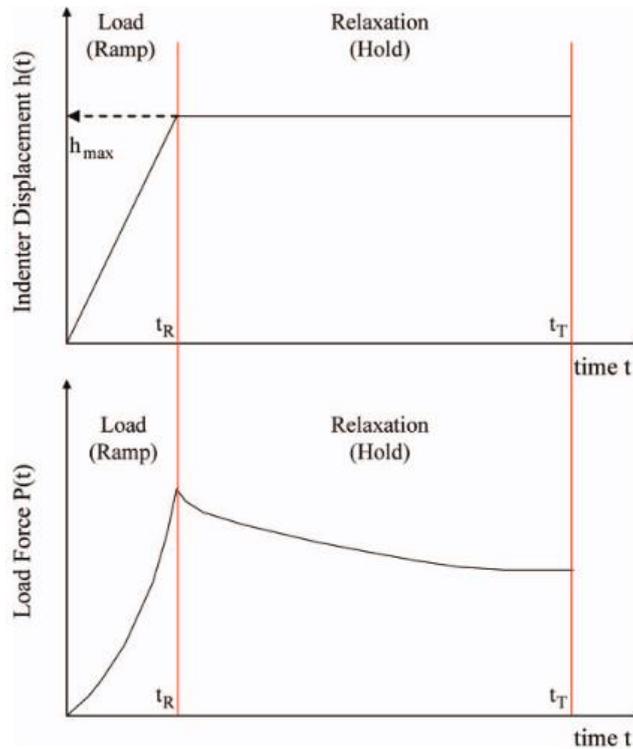


Figure 1-19 Evolution de la charge et du déplacement de l'indenteur au cours du temps pendant l'essai de relaxation par indentation [120].

Cette courbe peut être décrite par les équations logarithmique, proposée par Fethman [70], et hyperbolique, proposées par Gupta et Li [73], lorsqu'on remplace la contrainte par la pression moyenne \mathcal{P}_m . Ces équations s'écrivent alors sous la forme :

$$\mathcal{P}_m(t) = \mathcal{P}_m(0) - \alpha_1' \cdot \ln(1 + \beta_1' \cdot t) \quad (1.51)$$

$$\mathcal{P}_m(t) - \mathcal{P}_{m_i} = K' \cdot (t + a')^{\gamma'} \quad (1.52)$$

2.3.3 Analyse de l'essai de relaxation par indentation

Les données issues du maintien de l'indenteur à une profondeur maximale permettent d'étudier le comportement en relation des matériaux. Plusieurs études ont été effectuées dans ce sens. Elles sont toutes basées sur l'analogie entre la relaxation par indentation et la relaxation par essai de traction.

Il n'existe pas beaucoup d'essais de relaxation par indentation. Parmi ceux trouvés dans la littérature, la majorité porte sur l'étude du comportement des matériaux viscoélastiques afin de mesurer les propriétés élastiques et viscoélastiques de ces matériaux [120]–[123]. D'autres

études de la relaxation par indentation des matériaux visent aussi à extrapoler les propriétés de fluage de ces derniers [124], [125]. Dans ce cas, on détermine généralement le coefficient de sensibilité à la contrainte du fluage à partir de l'essai de relaxation.

Yan et Yue [124] ont étudiés par simulation numérique la relaxation par indentation. Pour un indenteur cylindrique, ils ont démontré à partir de l'expression proposée par Morscher et DiCarlo [78] que la vitesse de la relaxation de la charge d'indentation $\dot{P}(t)$ est une fonction puissance de la charge d'indentation. La relation entre ces deux derniers est donnée par :

$$\dot{P}(t) = Z' \cdot P(t)^n \quad (1.53)$$

Où Z' est un paramètre dépendant du rayon de l'indenteur et n le coefficient de sensibilité à la contrainte.

La relation (1.53) permet de retrouver le coefficient de sensibilité à la contrainte, n , en traçant la courbe $\log(\dot{P}) = f[\log(P)]$.

3 Conclusion

Le développement de l'instrumentation en indentation et l'évolution des conditions d'application de la charge et du déplacement de l'indenteur ont contribué à l'essor de cette technique de caractérisation en ce qui concerne l'étude du comportement au fluage et à la relaxation. Comme présenté dans la première partie de ce chapitre, ces deux comportements sont étudiés jusqu'à présent par des essais classiques (traction uniaxiale). Compte tenu des longues durées des essais, des méthodes d'extrapolation du comportement au fluage à long terme à partir des essais effectués à court terme ont été développées. Malgré ces extrapolations, ce type d'essai nécessite toujours beaucoup de temps. C'est la raison pour laquelle nous envisageons dans cette étude d'utiliser la technique d'indentation pour réduire considérablement la durée des essais.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous avons montré que plusieurs travaux ont déjà été menés dans le but d'étudier le comportement au fluage des matériaux en utilisant l'essai d'indentation. Ces études utilisent dans la majorité des cas deux approches basées sur les lois phénoménologiques du fluage et sur des lois rhéologiques pour décrire la courbe de fluage par indentation. Les travaux de Tabor [89] et de Mayo et Nix [94] ont permis d'établir une

analogie entre les deux types d'essais en reliant la contrainte à la charge d'indentation et de l'aire de contact dans un cas, et la vitesse de déformation plastique au déplacement de l'indenteur dans l'autre cas. D'après Chu et Li [111] l'indenteur plat de forme cylindrique permet de se rapprocher des conditions d'essais classiques. Toutefois, l'utilisation des autres formes d'indenteurs permettent d'obtenir des résultats plutôt prometteurs [8]. Malgré tout ceci, des interrogations se posent notamment sur le choix de la gamme de charge, du type d'indenteur, des conditions d'application de la charge, de la température de l'étude. La réponse à ces questions fera en partie l'objet de la présente étude.

Par ailleurs, nous avons montré dans ce chapitre que l'essai de relaxation peut être utilisé comme alternative pour déterminer le comportement au fluage et les propriétés de fluage notamment par la théorie de Hart [20]. Ensuite, nous avons aussi montré que le comportement en relaxation peut être étudié à partir de l'essai d'indentation. Ce qui nous motive à présenter dans cette étude l'essai de relaxation par indentation de nos matériaux et ensuite de proposer une méthodologie permettant d'extrapoler les propriétés de fluage à partir des essais de relaxation par indentation.

CHAPITRE 2.
MATERIAUX, TECHNIQUES
EXPERIMENTALES ET RESULTATS EN
FLUAGE CLASSIQUE

Chapitre 2 : Matériaux, techniques expérimentales et résultats en fluage classique	67
1. Préparation des échantillons	69
2. Matériaux	70
2.1. Traitement thermique	71
2.2. Analyse microstructurale.....	72
3. Comportement en fluage classique des aciers T91, X20 et T22	73
4. Protocole expérimental	77
4.1. Dispositif expérimental.....	77
4.1.1. Microindenteur	77
4.1.2. Macroindenteur	80
4.2. Principe des essais de fluage et de relaxation par indentation	81
4.3. Procédure expérimentale	82
4.3.1. Fluage à température ambiante	82
4.3.2. Fluage en température.....	82
4.3.3. Relaxation à température ambiante	82
5. Différentes collaborations	83

La première partie de ce chapitre présente les différentes nuances d'aciers soumis à notre étude. Les différentes compositions sont données et les observations métallographiques sont présentées dans le but d'évaluer les tailles des grains et de comparer les microstructures des matériaux. Par la suite, nous présentons les résultats d'essais de fluage (par traction) de ces matériaux issus de la banque de données mise à notre disposition par la société Vallourec. L'objectif ici est de classer les matériaux selon leur sensibilité au fluage par des essais classiques. Dans la deuxième partie, nous présentons les techniques expérimentales d'indentation appliquées ici en micro et macroindentation. Après avoir détaillé la préparation des échantillons qui est primordiale quand il s'agit de l'essai d'indentation, les appareils de mesure et les procédures expérimentales sont présentés.

1. Préparation des échantillons

Tous les échantillons en acier ont été prélevés dans un tube de chaudière de manière à obtenir des éprouvettes parallélépipédiques de dimensions suivantes : 1 cm x 1 cm x 0,5 cm. La préparation des états de surface des échantillons est une étape très importante quand il s'agit de l'essai d'indentation et de l'observation métallographique. La surface de l'échantillon à analyser ne doit présenter aucune rugosité ou rayures qui pourraient influencer sur les résultats de la mesure. La préparation que nous avons suivie consiste donc à polir une des faces de chaque échantillon jusqu'à l'obtention d'un poli miroir. Pour cela, nous avons utilisé dans un premier temps des disques de prépolissage en carbure de silicium de grades différents (80, 220, 600, 1200). Ensuite, le polissage de finition a été réalisé à l'aide de pâtes diamantées de différentes granulométries (9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m) pour obtenir le poli miroir. Le lubrifiant utilisé ici est un mélange à base d'alcool de couleur bleue fourni par Struers et dont la composition nous est inconnue. Ces différentes opérations ont été réalisées à l'aide d'une polisseuse automatique RotoPol-11 de chez Struers, équipée d'un porte échantillon motorisé RotoForce-1.

Les paramètres que nous avons utilisés pour obtenir un poli miroir tout en évitant l'écrouissage de la surface sont les suivants :

- Force d'appuis : 25N
- Vitesse de rotation : 150 tr/min
- Temps de polissage pour chaque drap : 1 minute

La polisseuse automatique permet de contrôler la force appliquée ainsi que la vitesse de rotation du plateau.

Pour les observations métallographiques et MEB, les échantillons ont subi après polissage une attaque à l'acide picrique dans le but de révéler les joints de grains.

2. Matériaux

Pour atteindre notre objectif qui est de trouver un critère de sensibilité au fluage et à la relaxation par indentation, nous avons sélectionné trois nuances d'aciers avec différentes teneurs en chrome dont les comportements au fluage par essai classique sont connus et relativement différents. Il s'agit des aciers :

- T91 qui est un acier martensitique avec 9% de chrome.
- X20 qui est un acier martensitique avec 12% de chrome.
- T22 qui est un acier ferritique avec 2,25% de chrome.

Ces matériaux ont été développés afin de répondre aux exigences croissantes de puissance unitaire des chaudières et turbines. Ces matériaux ont chacun à leur tour fait partie de l'histoire de l'évolution des centrales thermiques. En effet, jusqu'en 1950, l'acier T22 a été largement utilisé pour les chaudières. Entre 1950 et 1970, cette nuance d'acier a évolué et à la fin des années 70, les allemands ont développé la nuance X20 qui est privilégiée à l'acier T22 car elle présente à priori une meilleure résistance au fluage. Cette nuance permet d'améliorer le fonctionnement des chaudières à une température supérieure à 540°C. Les années suivantes, d'autres nuances de la même famille ont été développées parmi lesquelles on retrouve l'acier VM12/T122. En 1980, le développement de l'acier T91 marque un impact significatif sur l'évolution des chaudières.

Les aciers étudiés proviennent des tubes de chaudière et nous ont été fournis par la société Vallourec. Les compositions chimiques sont rassemblées dans le Tableau 2-1 suivant :

Grade	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	V	Cb/Nb	N	Ni	Al
T91	0,08	0,30	Max,	Max,	0,20	8,00	0,85	0,18	0,06	0,030	Max.	Max.
	0,12	0,60	0,020	0,010	0,50	9,50	1,05	0,25	0,10	0,070	0,40	0,040
X20	0,17	Max.	Max.	Max.	Max.	10,00	0,80	0,25	-	-	0,30	-
	0,23	1,00	0,030	0,030	0,50	12,50	1,20	0,35	-	-	0,80	-
T22	Max.	0,30	Max.	Max.	0,25	1,9	0,87	-	-	-	-	-
	0,15	0,60	0,030	0,030	1,00	2,6	1,13	-	-	-	-	-

Tableau 2-1 Compositions chimiques (%m) des aciers T91, X20 et T22 [126]–[128].

2.1. Traitement thermique

La structure martensitique de ces aciers, qui leur offre d'excellentes propriétés mécaniques, est conditionnée par le traitement thermique et notamment la vitesse de refroidissement de l'austénite. Le traitement thermique consiste en une austénitisation suivie d'un revenu. L'austénitisation ici a pour but d'obtenir une mise en solution aussi complète que possible des différents éléments d'alliage de telle sorte que le traitement de revenu produise une très fine précipitation uniformément répartie [129]. La température d'austénitisation dépend de la nuance d'acier. Ainsi, les traitements suivants (Figure 2-1) ont été appliqués sur les aciers T91, X20 et T22 :

T91 : Austénitisation d'une demi-heure à 1050°C, suivi d'un refroidissement à l'air et d'un revenu d'une heure à 780°C puis d'un refroidissement à l'air.

X20 : Austénitisation d'une heure à 1080°C, suivi d'un refroidissement à l'air et d'un revenu de cinq heures à 780°C puis d'un refroidissement à l'air.

T22 : Austénitisation d'une demi-heure à 925°C, suivi d'un refroidissement à l'air et d'un revenu d'une demi-heure à 750°C puis d'un refroidissement à l'air.

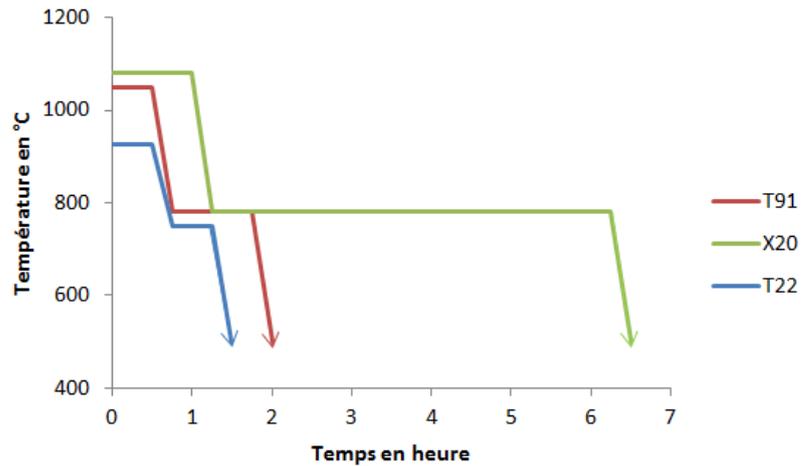


Figure 2-1 Schéma des traitements thermiques subis par les aciers étudiés.

2.2. Analyse microstructurale

Les images d'observation aux microscopes optique et électronique à balayage de la microstructure des aciers T91, X20 et T22 sont représentées sur les Figure 2-2, Figure 2-3 et Figure 2-4 respectivement. L'acier T22 présente une structure ferritique avec des fins précipités de carbures aux joints de grains et notamment dans la matrice. Pour l'acier T91, on note une structure comportant des précipités de gamma ferrite dans une matrice de martensite.

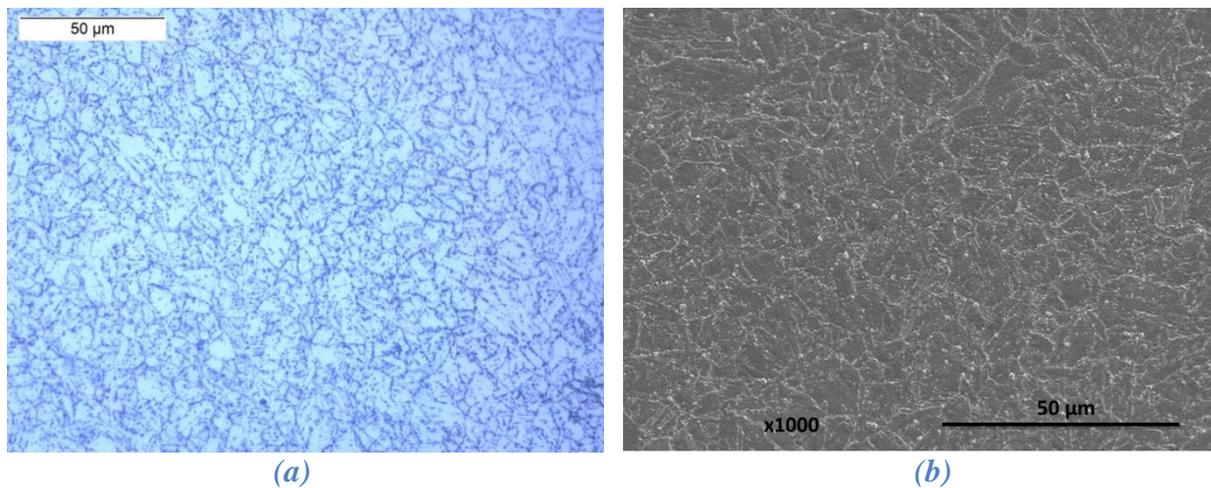


Figure 2-2 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier T91

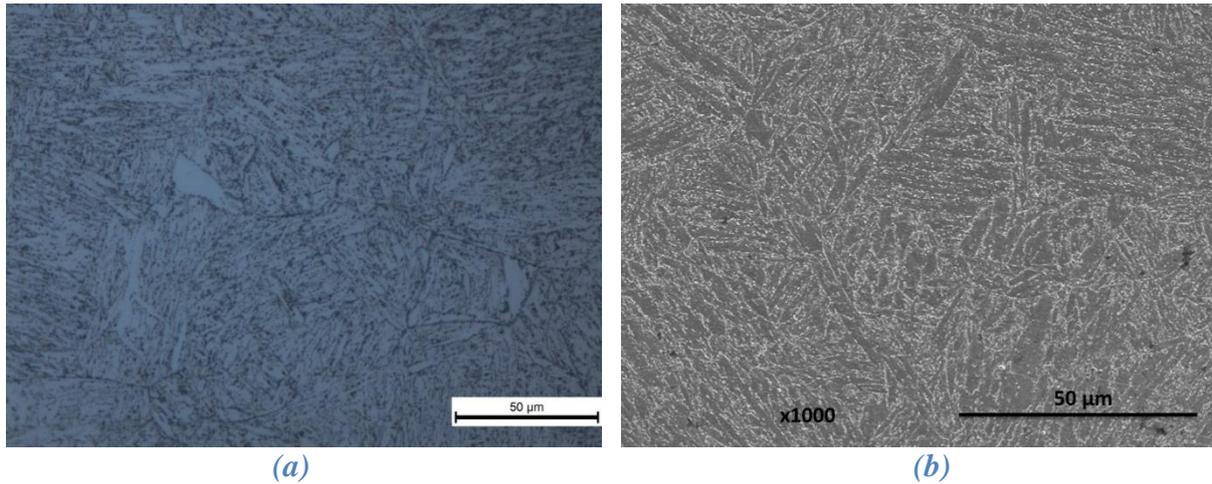


Figure 2-3 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier X20

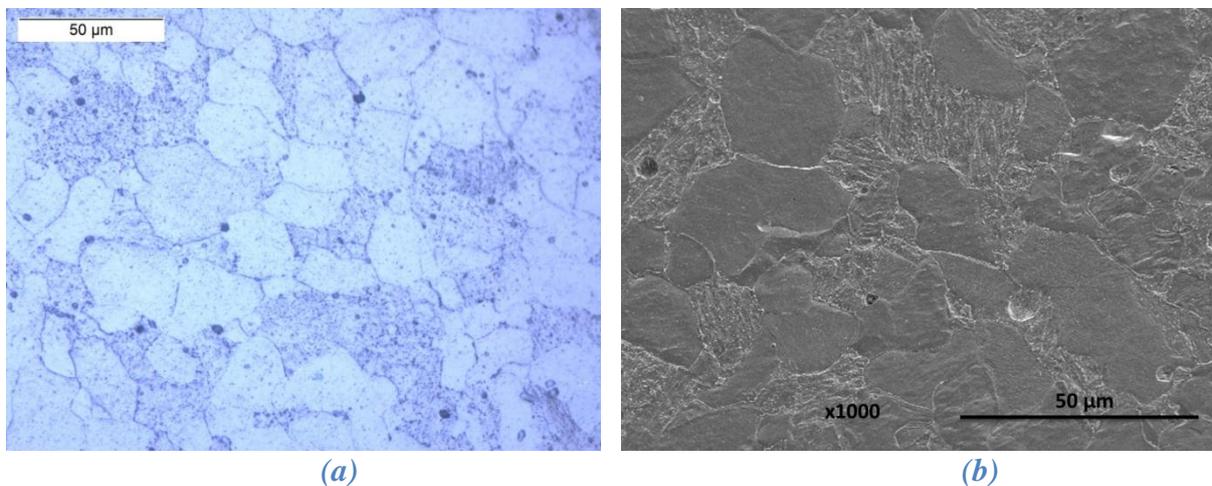


Figure 2-4 (a) Structure métallographique et (b) image MEB de l'acier T22

La taille moyenne des grains dans ces matériaux est d'environ 15 μm pour l'acier T91 et de 40 μm pour les aciers X20 et T22. Cette taille moyenne n'aura, à priori, pas d'effet sur les essais d'indentation effectués car la diagonale de l'empreinte au bout de 1000 secondes de maintien sous une charge de 3N à température ambiante mesure environ 60 μm pour l'acier T22 et 50 μm pour l'acier T91, et par conséquent la zone plastique englobe plusieurs grains.

3. Comportement en fluage classique des aciers T91, X20 et T22

Pour atteindre notre objectif qui est de déterminer un critère de sensibilité au fluage et en relaxation par indentation, nous étudions trois nuances d'aciers (T91, X20, T22) dont les comportements au fluage sont connus. Comme nous l'avons précisé avant, ces échantillons nous ont été fournis par la société Vallourec qui y a joint une banque de données importantes comportant essentiellement les résultats des essais de fluage effectués par traction sur ces différents matériaux. Ces données proviennent de plusieurs sites d'essai de l'entreprise. Les

essais ont été réalisés jusqu'à la rupture sous différentes contraintes et à des températures comprises entre 500°C et 650°C. Dans cette partie, nous présentons les différents résultats obtenus par essais de fluage classique afin de comparer les matériaux entre eux et de les classer suivant leur résistance au fluage. Ce classement doit servir de référence pour la détermination d'un critère par indentation.

Méthode paramétrique de Larson-Miller

Comme vu au chapitre 1, cette méthode permet de construire une courbe maîtresse du matériau représentant la contrainte σ en fonction de ce paramètre noté $PLM = T \cdot (C + \log t_r)$. La Figure 2-5.a représente la courbe maîtresse de Larson-Miller pour l'acier T91. Elle a été tracée en prenant $C=31$ [52]. A partir des données fournies par Vallourec, la courbe maîtresse que nous avons obtenue pour notre matériau a été comparée à celles retrouvées dans la littérature. Il s'agit de la représentation de Larson-Miller obtenue à partir des données de fluage par traction sur plusieurs échantillons d'acier T91 provenant de différentes origines (Japon, USA, Europe). La comparaison de ces deux graphes (Figure 2-5.b) nous permet de constater qu'il n'existe pas une grande différence entre nos données et celle retrouvées dans la littérature.

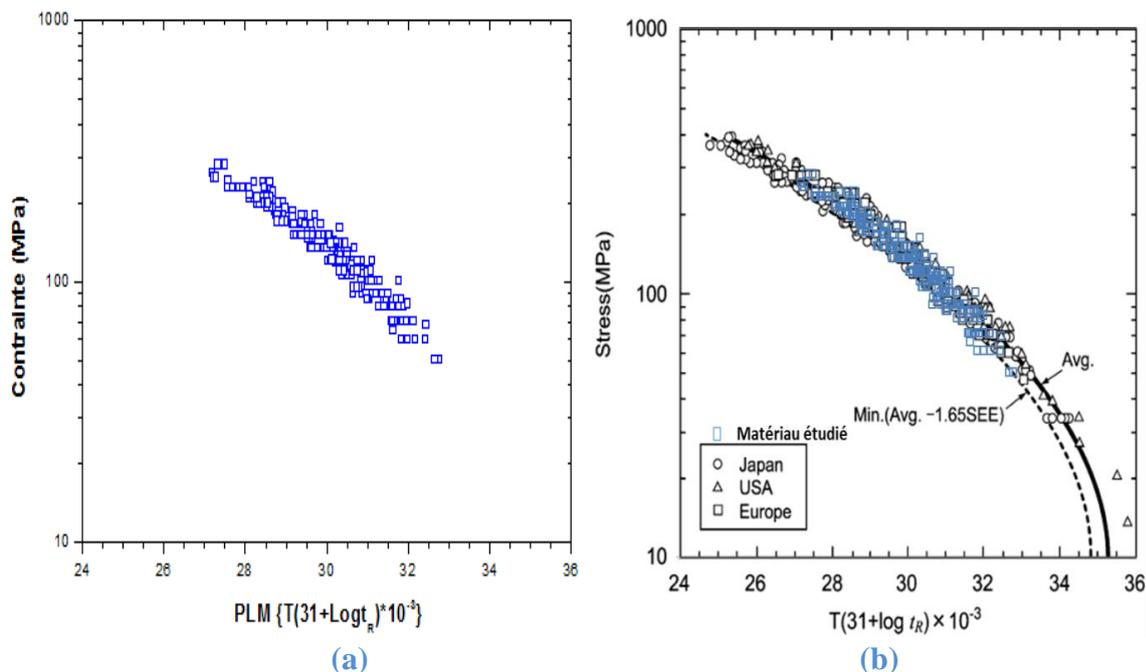


Figure 2-5 Courbe paramétrique de Larson-Miller de l'acier T91 (a) Matériau de cette étude, (b) comparaison littérature [52] – étude présente.

La Figure 2-6 représente les courbes maitresses que nous avons obtenues pour les aciers T91, X20 et T22 où le logarithme de la contrainte à la rupture est représenté en fonction du paramètre de Larson-Miller. On constate une différence entre les trois courbes maitresses. La différence est plus grande entre la courbe maitresse du T22 et celles des aciers T91 et X20. Le tracé de ces courbes maitresses à partir de données expérimentales permet non seulement des extrapolations à des temps de fluage beaucoup plus longs mais aussi, il facilite la comparaison en fluage rupture entre les différents matériaux.

Pour faciliter l'analyse des données, nous avons lissé les courbes maitresses, comme l'a suggéré Fujimitsu Masuyama [52], en utilisant le polynôme de second degré suivant :

$$\log \sigma = \alpha_1 . PLM^2 + \alpha_2 . PLM + \alpha_3 \quad (2.1)$$

α_1 , α_2 et α_3 sont des paramètres de fittage. Ces paramètres sont déterminés pour chaque courbe.

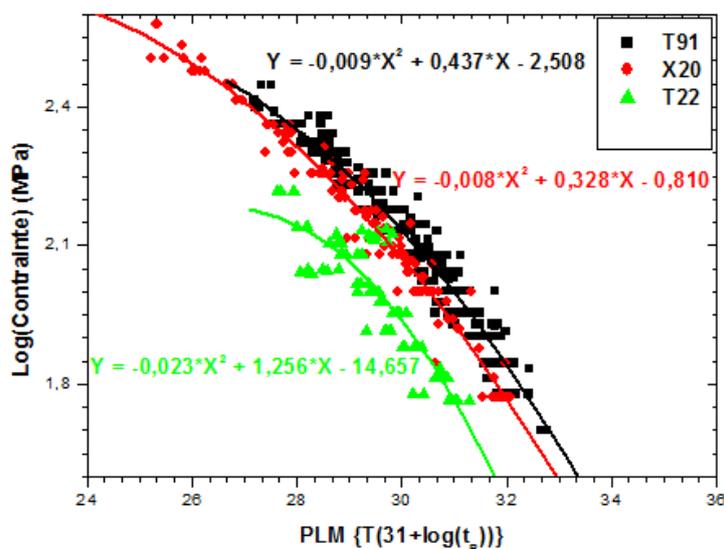


Figure 2-6 *Courbes maitresses de Larson-Miller*

Le Tableau 2-2 recense les valeurs des contraintes admissibles pour chaque matériau pour une durée d'essai équivalente à la durée de vie des chaudières qui est de 10^5 heures. Ces valeurs de contraintes admissibles sont obtenues en extrapolant les courbes maitresses à partir de l'équation 2.1. Elles sont ensuite représentées en fonction de la température sur la Figure 2-7. On constate une diminution de la contrainte admissible, pour les trois aciers, avec une augmentation de la température. Pour une température donnée la contrainte admissible diffère

suivant le matériau. Nous avons obtenu, par exemple, pour une température de fonctionnement de 600° C et une durée de vie de 10⁵ heures, les contraintes admissibles de fonctionnement des aciers T22, X20 et T91. Elles sont respectivement de 47,5 MPa, 72,9 MPa et 85,7 MPa.

Température (°C)	Contrainte (MPa)		
	T91	X20	T22
500	233,0	214,8	142,6
550	151,6	132,6	98,1
600	85,7	72,9	47,5
625	61,1	51,8	29,0
650	42,1	35,7	16,2

Tableau 2-2 Contraintes conduisant à la rupture après 10⁵ heures.

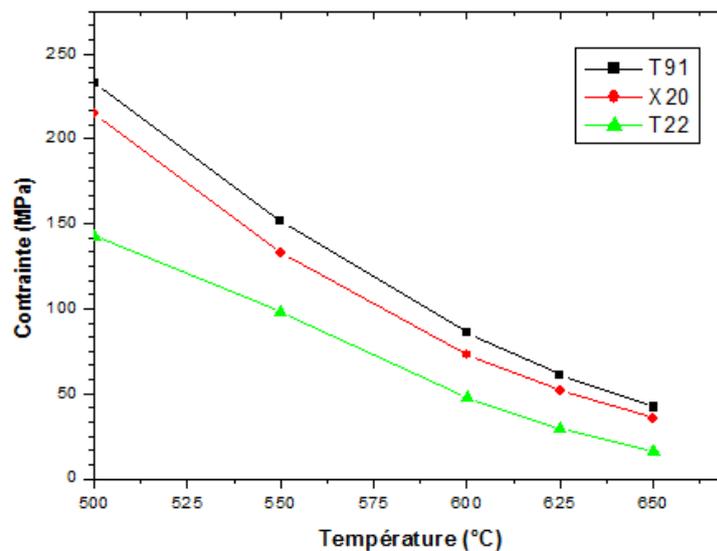


Figure 2-7 Contraintes admissibles pour un fluage rupture de 10⁵ heures en fonction de la température

Sur la base de cette analyse, nous avons pu confirmer le classement de ces trois matériaux selon leur résistance au fluage rupture par traction uniaxiale : l'acier T91 est plus résistant que l'acier X20 qui à son tour est plus résistant que l'acier T22 quelle que soit la température (comprise entre 500 et 600 °C).

La suite de ce travail consiste donc à étudier le comportement de ces matériaux en fluage et en relaxation en utilisant l'essai d'indentation et à proposer une méthodologie d'essai avec un ou plusieurs critères permettant de classer ces matériaux dans le même ordre.

4. Protocole expérimental

4.1. Dispositif expérimental

Nous avons utilisé pour cette étude trois appareils à échelles de mesure différentes. Il s'agit de deux microindenteurs CSM et d'un macroindenteur ZHU 2.5.

4.1.1. Microindenteur

Pour les essais de microindentation, nous avons utilisé un microindenteur instrumenté CSM 2-107 (Figure 2-8), pour les essais à température ambiante et un microindenteur de même type pour les essais à chaud, tous les deux développés et commercialisés par CSM Instrument repris par la société Anton Paar. La gamme de chargement de ces appareils est de 0,1 à 25N pour un déplacement maximal autorisé par la machine de 200 μm . Les résolutions en chargement et en déplacement sont de 100 μN et 0,3 nm respectivement.



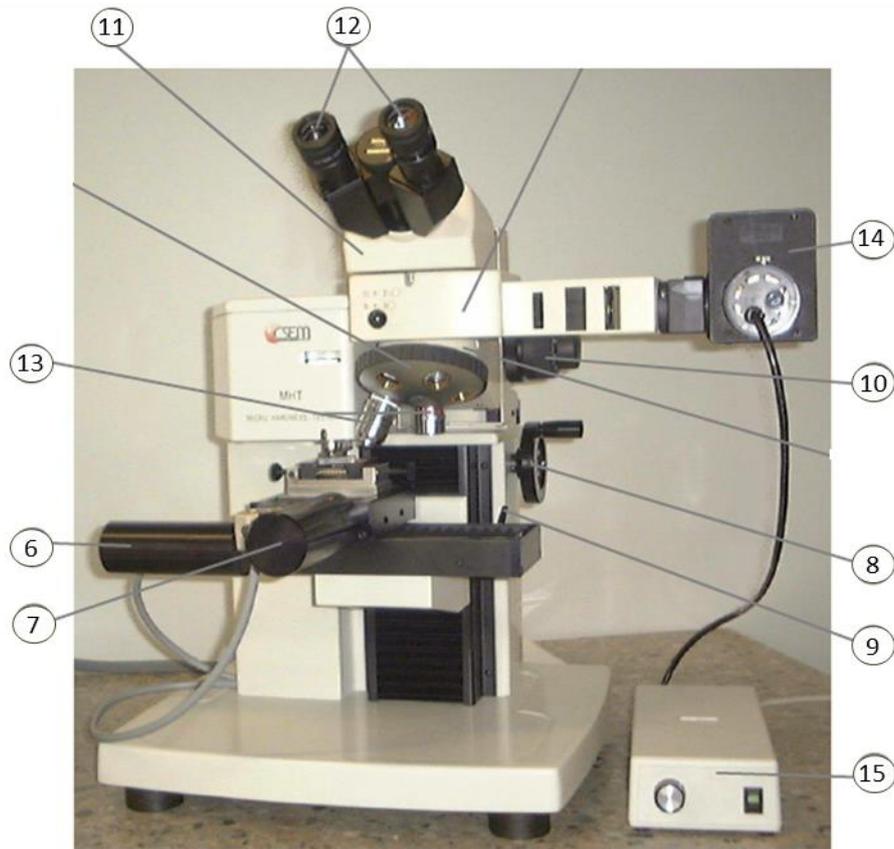


Figure 2-8 Appareil de microdureté instrumentée CSM2-107 de Anton Paar.

De manière générale, ces deux appareils sont composés d'un dispositif mécanique permettant de mettre en œuvre l'essai proprement dit et d'une partie microscope permettant d'observer la surface de l'échantillon avant et après l'essai de manière, d'une part, à localiser l'empreinte et, d'autre part, à observer d'éventuelles déformations ou fissurations autour de celle-ci. On distingue :

- 1) Boîtier métallique comprenant le système électronique en général, le capteur de déplacement et la colonne de chargement.
- 2) La molette de réglage du capteur de la profondeur de pénétration
- 3) Vis de fixation du porte indenteur
- 4) Porte indenteur
- 5) Porte échantillon
- 6) Système de déplacement de l'échantillon suivant X
- 7) Système de déplacement de l'échantillon suivant Y
- 8) Molette de déplacement vertical de l'échantillon
- 9) Verrouillage de déplacement vertical

- 10) Mise au point du microscope
- 11) Tube de l'oculaire binoculaire
- 12) Deux oculaires
- 13) Deux objectifs (x5 et x50)
- 14) Douille de lampe halogène
- 15) Transformateur

La position de la colonne de chargement est déterminée par le capteur de déplacement. Une bobine située dans la partie supérieure de la colonne est utilisée pour entraîner le pénétrateur vers l'échantillon. La force imposée est contrôlée par la variation de courant provenant de la bobine magnétique. La colonne de chargement est suspendue par des ressorts de maintien qui facilite l'amortissement du mouvement. Elle est équipée d'une référence basculante qui permet de palper la surface de l'échantillon pendant l'approche de l'indenteur. Une platine motorisée suivant l'axe X-Y permet de déplacer l'échantillon dans le but de déterminer la position d'indentation. Un dispositif de fixation permet de maintenir immobile l'indenteur et le matériau afin d'éviter un excès de charge appliquée pendant l'essai. Une table mobile permet de déplacer l'échantillon depuis la tête de mesure jusque sous l'objectif pour une lecture visuelle de l'empreinte résiduelle et/ou un positionnement de l'essai. La vitesse de pénétration et l'enregistrement des données sont contrôlés par le logiciel développé par CSM Instrument pour l'acquisition de données, l'analyse et le stockage.

Pour effectuer les essais à température, on ajoute au dispositif expérimental de micro indentation un contrôleur de température au niveau de la platine porte échantillon pouvant atteindre une température maximale de 450°C. Pour assurer cet essai en température, limiter les problèmes de dilatation et éviter la détérioration du matériel dû à son incapacité à résister à une telle température, quelques pièces ont été remplacées. Il s'agit :

- Le porte indenteur et la pointe standard sont remplacés par un porte indenteur en céramique et une pointe en zircone.
- La référence basculante est remplacée par une référence à contact unique par bille en céramique. L'encombrement, la transmission thermique et la limite en température des roulements ne permettent pas de travailler en référence basculante à chaud.
- Le porte échantillon est remplacé par un module chauffant dans lequel est installé un anneau presseur permettant de fixer l'échantillon. (Figure 2-9)

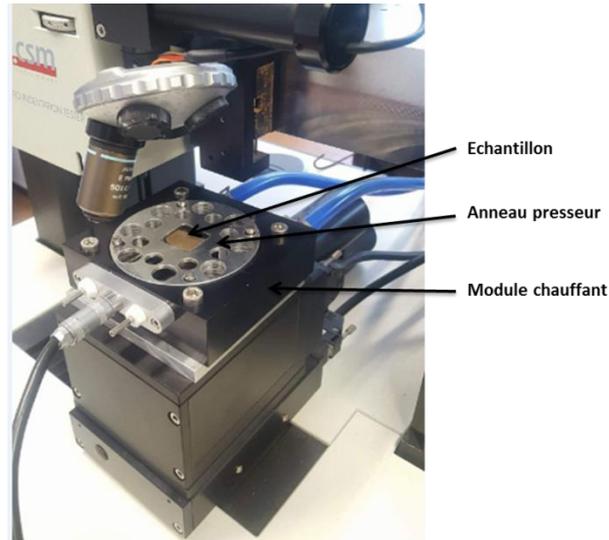


Figure 2-9 *Dispositif en température.*

Le module chauffant et le contrôleur de température sont liés par un câble de pilotage. Par ailleurs, le module chauffant est branché à un refroidisseur permettant de réguler la température du module. Cette tour de refroidissement est conçue pour dissiper 300W; la marge de sécurité est assez grande dans notre cas étant donné que nous avons moins de 10W.

4.1.2. Macroindenteur

Le dispositif expérimental utilisé pour les essais de macroindentation est présenté sur la Figure 2-10. Il s'agit du macroindenteur ZHU 2.5 développé et commercialisé par Zwick. Il a une gamme de chargement de 5 à 2500 N et peut effectuer des mesures jusqu'à une profondeur maximale de 4 mm avec une résolution en déplacement de 0,02 μm . Il est composé : i.) d'une tête de mesure de dureté dans laquelle sont intégrés un système numérique de mesure de la course, un capteur de force et un pénétrateur interchangeable avec pied de palpé ; ii.) d'une extension optique qui comprend un microscope de mesure pouvant comporter jusqu'à quatre objectifs, une unité de déplacement permettant de basculer entre le microscope de mesure et le dispositif de charge et iii.) d'une table motorisée suivant X, Y et Z sur laquelle on fixe l'échantillon.

Le logiciel d'essais testXpert est utilisé pour l'acquisition, l'analyse et le stockage des données.



Figure 2-10 *Appareil de macrodureté instrumentée ZHU 2.5 de Zwick.*

4.2. Principe des essais de fluage et de relaxation par indentation

L'essai d'indentation consiste à appliquer une charge, à la surface du matériau à analyser, à l'aide d'un indenteur de forme géométrique connue afin de mesurer les propriétés mécaniques d'un matériau, principalement le module d'élasticité et la dureté mais aussi d'autres comme la ténacité. La mesure de dureté peut se faire de manière classique en mesurant la taille de l'empreinte après le retrait de l'indenteur ou en analysant la courbe charge-déplacement obtenue au cours d'un essai instrumenté. Mais c'est le développement de l'essai d'indentation instrumentée qui, permettant d'appliquer l'indenteur dans de nombreuses conditions d'indentation en termes de vitesse de chargement, de maintien de la charge ou de la profondeur, qui permet d'accéder aux autres propriétés. Ainsi, le fluage par indentation consiste à appliquer une charge à la surface du matériau et ensuite à maintenir, pendant un temps donné, ce niveau de chargement constant et d'enregistrer l'enfoncement de l'indenteur qui continue à pénétrer dans le matériau selon le comportement visco-élastoplastique du matériau. Pour ce qui concerne la relaxation par indentation, on maintient l'indenteur enfoncé à une profondeur donnée pendant un temps choisi et on enregistre la variation de la charge avec le temps. En indentation, les phénomènes de fluage et de relaxation sont observés chez

tous les matériaux y compris les céramiques pour une gamme de température allant de la température ambiante à la température de fusion du matériau étudié. Même si l'indenteur plat est souvent préféré dans ce genre d'essai, nous n'avons à notre disposition que deux types d'indenteur, les indenteurs sphérique de type Brinell et pyramidal de type Vickers.

4.3. Procédure expérimentale

4.3.1. Fluage à température ambiante

Les essais de fluage par indentation ont été réalisés à l'aide du microindenteur. Etant donné qu'il n'existe pas de conditions d'essais standards pour ce type d'analyse de comportement mécanique, nous avons d'abord étudié nos matériaux à température ambiante, à différentes vitesses de chargement allant de 0,5 N/min à 30 N/min et sous différentes charges de maintien allant de 0,5 N à 15 N. Le temps de maintien à la charge maximale choisi au départ est de 15 heures. Pour ce travail, nous avons utilisé les deux types d'indenteurs bille et Vickers. Notre objectif étant ici d'optimiser les conditions d'essai. Pendant l'essai, l'indenteur est amené à la surface de l'échantillon avec une vitesse d'approche de 25 $\mu\text{m}/\text{min}$ et une force de contact de 10 mN. Lorsque la surface est détectée par l'indenteur, les conditions de pénétration dans l'échantillon changent et la vitesse est réduite à une valeur constante bien définie. Quant à la charge, elle augmente progressivement jusqu'à atteindre la charge maximale définie par les conditions d'essai. On maintient l'indenteur à cette charge pendant un temps donné puis, s'en suit le retrait de l'indenteur. A partir de la courbe charge déplacement obtenue après l'essai, on extrait les données issues du maintien à la charge maximale, données qui nous permettront d'étudier le comportement au fluage par indentation de ce matériau.

4.3.2. Fluage en température

Pour les essais à chaud, nous avons utilisé les conditions d'essais optimisées qui ont été déterminées à température ambiante. La procédure expérimentale est la même que celle utilisée à température ambiante. Les températures retenues pour les différents essais sont 100°C, 200°C et 300°C.

4.3.3. Relaxation à température ambiante

Pour l'essai de relaxation par indentation, nous avons utilisé le macroindenteur ZHU 2.5. Les conditions d'essais ont été choisies en tenant compte de la vitesse d'approche de l'indenteur

pour laquelle la vitesse de chargement doit être proche. La vitesse de chargement choisie ici est de 10 $\mu\text{m}/\text{min}$ et les profondeurs de maintien sont choisies entre 20 μm et 30 μm . Comme dans le cas de l'essai de fluage, nous avons réalisé 10 essais par condition d'indentation. Pendant l'essai, après le chargement à vitesse constante et une fois la profondeur maximale atteinte, l'indenteur est maintenu à cette profondeur pendant 2000 secondes suivies par la phase de déchargement. Le comportement en relaxation du matériau est alors étudié à partir des données issues de la partie de la courbe charge-déplacement correspondant au maintien à la profondeur maximale.

5. Différentes collaborations

Ce travail de thèse a été réalisé en collaboration entre plusieurs laboratoires (Laboratoire de Mécanique de Lille, L'Unité Matériau et Transformation, l'Ecole des Mines de Douai et École Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Lille); Les compétences et moyens expérimentaux de ces derniers ont été réunis pour mener à bien le projet. La Figure 2-11 représente les différentes compétences sollicitées dans chaque laboratoire.

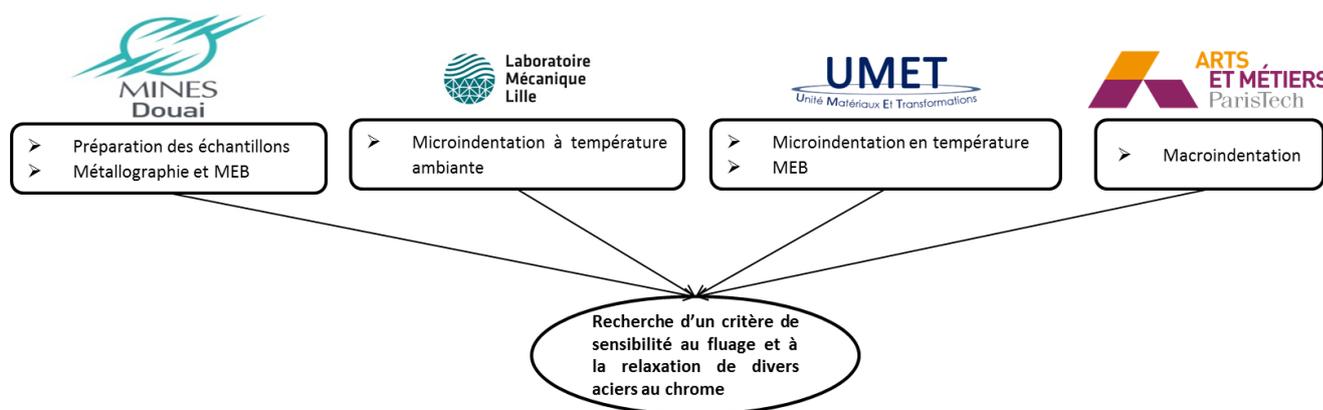


Figure 2-11 Différentes collaborations du projet.

CHAPITRE 3.
ESSAI DE FLUAGE PAR INDENTATION A
TEMPERATURE AMBIANTE

CHAPITRE 3 : ESSAI DE FLUAGE PAR INDENTATION A TEMPERATURE AMBIANTE.....	85
1 Introduction.....	87
2 Influence des conditions de chargement sur le premier stade du fluage.....	88
3 Influence du temps de maintien sur le fluage.....	89
3.1 Dispersion des courbes de fluage : Méthode de sélection des courbes de fluage ...	91
3.2 Influence du temps de maintien sur la courbe de fluage.....	94
4 Influence de la vitesse de chargement.....	98
5 Influence de la charge de maintien et de la forme de l'indenteur.....	101
6 Coefficient de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 à température ambiante.....	105
7 Conclusion	109

1 Introduction

L'étude du comportement en fluage est nécessaire pour le choix de matériaux amenés à résister à des conditions extrêmes de température et de pression. Toutefois, malgré les différentes méthodes d'extrapolation des données qu'offre cet essai pour réduire le temps d'essai, elle reste tout de même consommatrice de temps. Pour réduire cette durée d'essais à quelques minutes, nous proposons d'utiliser l'indentation instrumentée, qui est une technique connue principalement pour déterminer la dureté et le module d'élasticité. En effet, vu les nombreuses possibilités de chargement et d'asservissement, cette technique permet aussi bien d'étudier le comportement au fluage en étudiant la variation de la profondeur en fonction du temps à charge d'indentation constante que le comportement en relaxation en étudiant cette fois-ci la variation de la charge (ou contrainte) en fonction du temps en maintenant la profondeur d'indentation constante. Plusieurs travaux ont été menés dans le but de déterminer le comportement au fluage, de divers matériaux, en utilisant l'essai d'indentation. Toutefois, des interrogations se posent. Cela concerne par exemple le choix de la gamme de charge, du type d'indenteur, des conditions d'application de la charge, de la température de l'étude. La réponse à ces questions est en partie l'objet de ce chapitre. Nous étudions dans un premier temps l'influence des conditions expérimentales sur la profondeur de pénétration au début du fluage et pendant le maintien à la charge maximale. Ensuite, en se basant sur des lois descriptives et une approche phénoménologique ou rhéologique du fluage, nous proposons une méthodologie permettant de déterminer les conditions d'indentation optimales en termes de temps de maintien à la charge maximale et de vitesse de chargement. Cette méthodologie permet de sélectionner le modèle le plus cohérent en minimisant le nombre de paramètres et en maximisant le coefficient de corrélation entre eux. Par la suite, nous comparons les indentations pyramidales (Vickers) et sphériques (Brinell). Cette étude est faite en microindentation, à température ambiante, sur les aciers T91 et T22, qui sont respectivement les matériaux le moins et le plus sensible au fluage parmi ceux dont nous disposons. Nous comparons enfin l'exposant de la contrainte obtenu par indentation à température ambiante aux exposants obtenus par essais classiques à différentes températures sur les mêmes matériaux.

2 Influence des conditions de chargement sur le premier stade du fluage

Avant d'étudier le fluage par indentation proprement dit, il est intéressant d'observer au préalable l'influence des conditions de chargement, telles que la vitesse de chargement et la charge appliquée, sur le fluage primaire. Pour cela, nous avons effectué des essais classiques de microdureté pour 13 charges allant de 0,1 N à 20 N (0,1 N, 0,2 N, 0,3 N, 0,5 N, 1 N, 2 N, 3 N, 5 N, 10 N, 12 N, 13 N, 15 N et 20 N) et à chaque charge nous avons utilisé 10 vitesses de chargements entre 0,1 N/min et 300 N/min ($V = 0,5 \text{ N/min}$, $V = 5 \text{ N/min}$, $V = 50 \text{ N/min}$, $V = 150 \text{ N/min}$, $V = 300 \text{ N/min}$, $V = P_{max} \text{ N/min}$, $V = 2.P_{max} \text{ N/min}$, $V = 3.P_{max} \text{ N/min}$, $V = 5.P_{max} \text{ N/min}$, $V = 10.P_{max} \text{ N/min}$). Les essais sont effectués avec un temps de maintien de 15 secondes sur l'acier T91.

La Figure 3-1 représente les courbes charge déplacement obtenues à différentes charges avec une vitesse de chargement constante de 5 N/min en utilisant une pointe Vickers. Nous remarquons une augmentation de la profondeur, h_0 , au début du maintien avec la charge. Le même constat a été fait aux vitesses de 0,5 N/min, 50 N/min, 150 N/min et 300 N/min. Nous pouvons aussi remarquer, à partir de la Figure 3-1, la reproductibilité des essais.

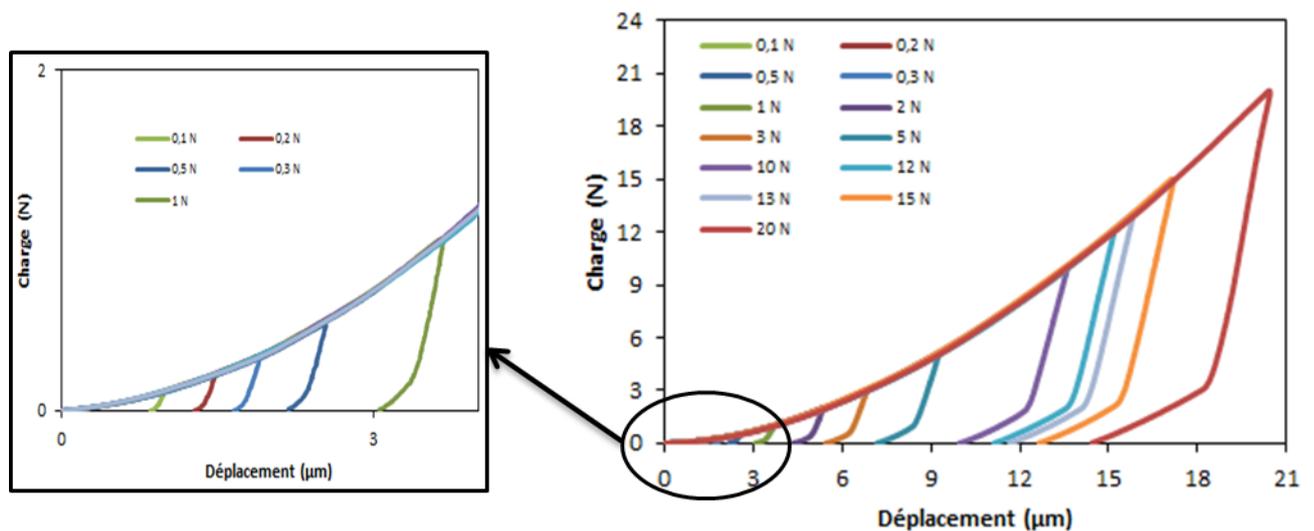


Figure 3-1 Courbes charge-déplacement de l'acier T91 obtenues pour une vitesse de chargement de 500 mN/min.

L'évolution de la profondeur de pénétration de l'indenteur h_0 est par la suite représentée en fonction de la vitesse de chargement pour différentes charges de maintien (Figure 3-2). Nous remarquons que pour chaque charge de maintien, la profondeur h_0 reste autour d'une valeur constante quelle que soit la vitesse de chargement utilisée. On note donc que pour une charge donnée, la vitesse de chargement n'a pas une influence considérable sur la profondeur de pénétration de l'indenteur, h_0 , au début du fluage.

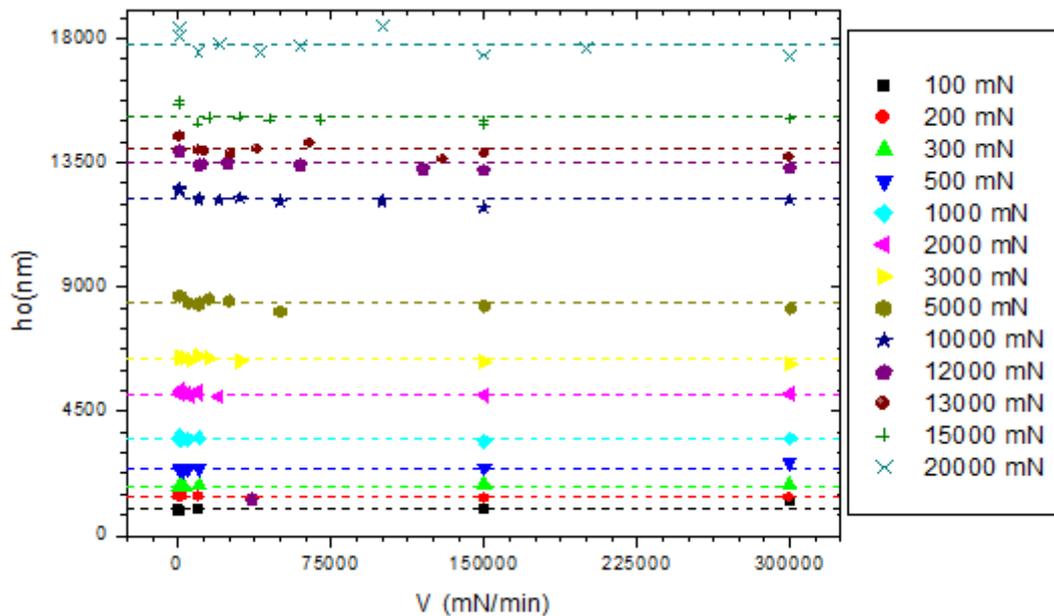


Figure 3-2 Évolution de la profondeur de pénétration, h_0 , au début du maintien en fonction de la vitesse de chargement.

3 Influence du temps de maintien sur le fluage

Nous avons effectué le premier essai de fluage par indentation avec un temps de maintien de 15 heures. La Figure 3-3 représente la courbe charge déplacement obtenue. On observe un chargement suivi d'un maintien de 15 heures à la charge maximale correspondant au fluage, puis d'une décharge. La charge de maintien utilisée est de 3 N avec une vitesse de chargement ici $V= 10 \times 3 \text{ N/min}$. La longueur du plateau observée pendant le maintien représente la réponse du matériau au fluage par indentation. Les données obtenues pendant le maintien permettent de tracer la courbe de fluage par indentation.

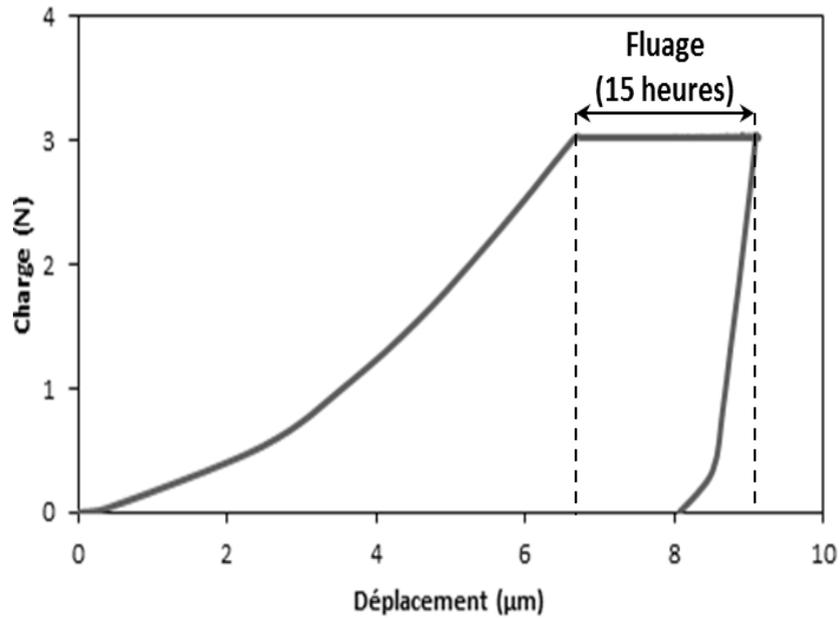


Figure 3-3 Courbe charge - déplacement de l'acier T91 avec une vitesse de chargement de $V = 10 \times 3 \text{ N/min}$ et un temps de maintien de 15 heures à la charge maximale de 3 N.

La Figure 3-4 représente le déplacement de l'indenteur pendant le maintien en fonction du temps.

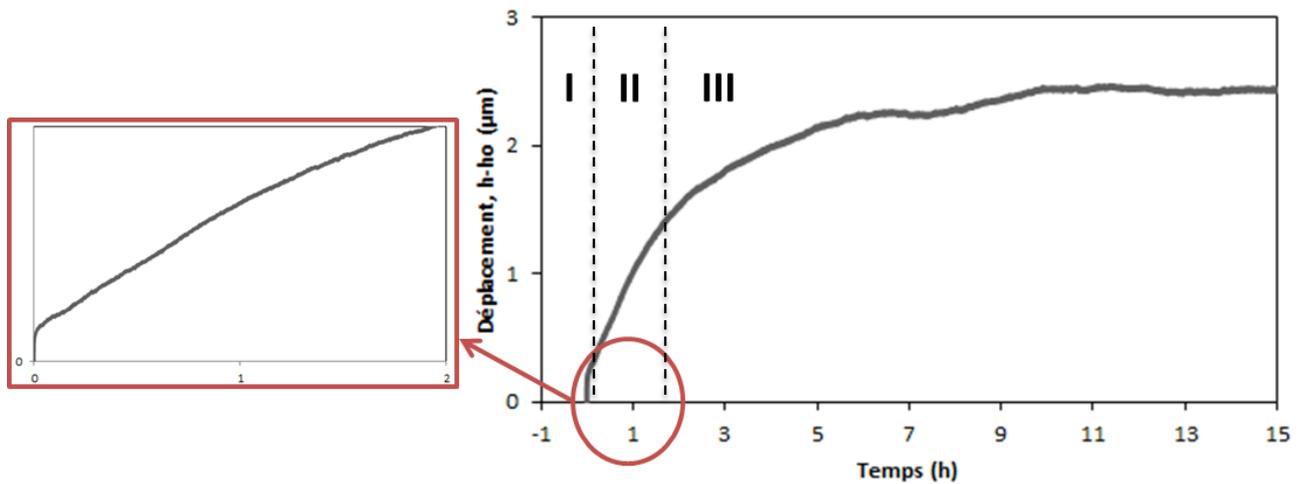


Figure 3-4 Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien.

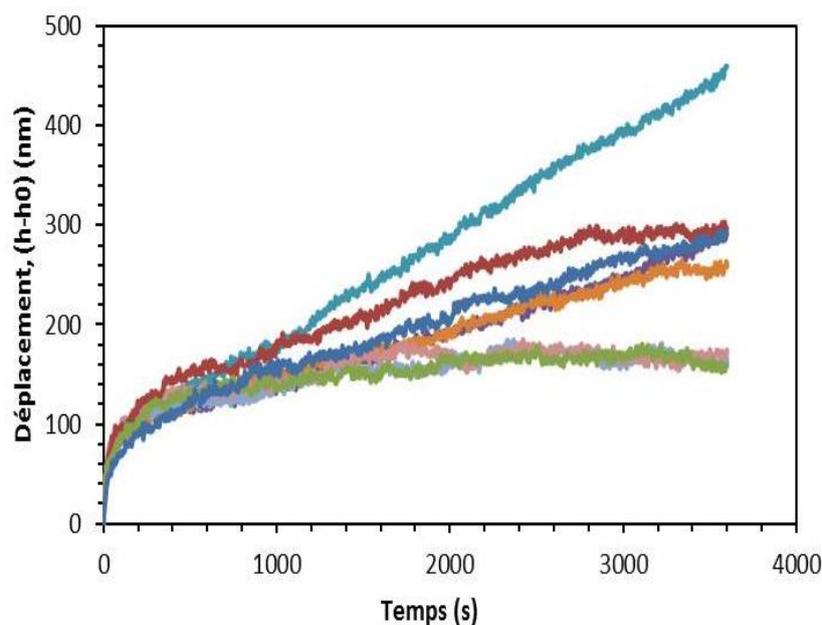
L'observation de la courbe obtenue permet de faire les constats suivants :

- La courbe comporte trois parties au lieu de deux comme nous l'avons vu au chapitre 1.
- Les deux premières parties représentent à priori le fluage primaire et secondaire.
- Après le stade 2, on observe un changement de pente de la courbe, qui se produit entre 1 heure et 2 heures de maintien. Ce qui est à l'origine de la troisième partie de notre courbe. Dans cette partie la profondeur de pénétration tend à se stabiliser au cours du temps ; ce qui est probablement dû à la limitation du déplacement physique de l'indenteur.

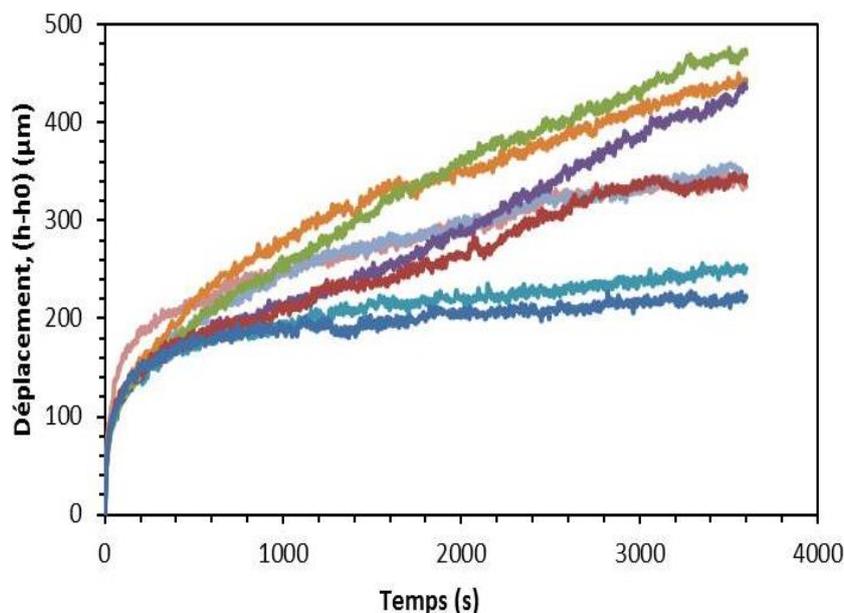
Compte tenu de ces informations nous avons répété nos essais de fluage par indentation avec un temps de maintien d'une heure à la charge maximale. Ce qui permettra de rester seulement dans les zones primaire et secondaire du fluage.

3.1 Dispersion des courbes de fluage : Méthode de sélection des courbes de fluage

Nous avons choisi d'effectuer les essais sous une charge de 3 N et un chargement à vitesse lente ($V = 1 \text{ N/min}$). L'essai a été répété 10 fois dans les mêmes conditions. La Figure 3-5 représente les courbes donnant le déplacement de l'indenteur pendant le maintien en fonction du temps. Ces courbes ont été obtenues dans les mêmes conditions d'essais sur le même matériau, T91 (Figure 3-5.a) et T22 (Figure 3-5.b).



(a)



(b)

Figure 3-5 Exemples de courbes de fluage, déplacement-temps, obtenues par indentation des aciers (a) T91 et (b) T22 à la charge maximale de 3 N.

Nous remarquons que les courbes sont très sensibles à la localisation de l'essai. Pour obtenir une valeur moyenne représentative de l'essai, nous avons mesuré les longueurs de palier pendant le maintien, $(h_{max} - h_0)$, que nous avons normalisées par la profondeur de pénétration au début du fluage $(\frac{h_{max}-h_0}{h_0})$. La valeur moyenne et l'écart type de ces valeurs ont été calculés et représentés sur la Figure 3-6. Nous avons retenu les courbes dont la valeur de $\frac{h_{max}-h_0}{h_0}$ est comprise dans l'intervalle d'erreur. Pour la Figure 3-6, il s'agit des courbes correspondant au numéro 1, 2, 4, 6 et 7. Les courbes 3, 5 et 8 n'ont pas été conservées.

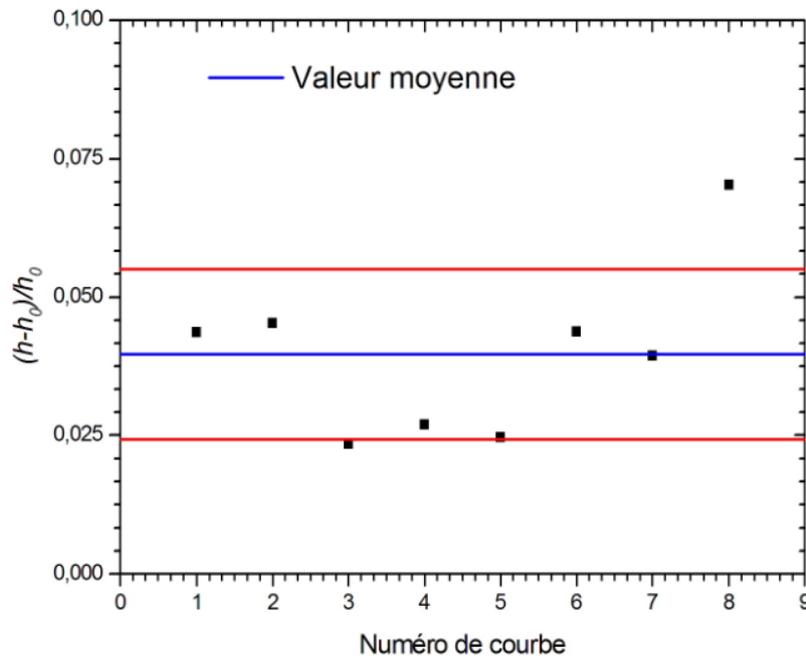
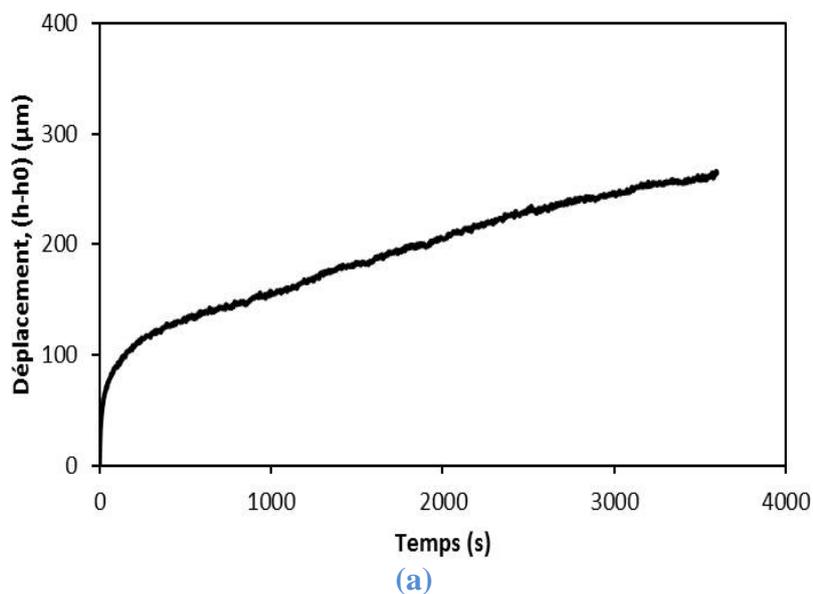


Figure 3-6 Déplacements relatifs, $\frac{(h_{max}-h_0)}{h_0}$, de l'indenteur pendant le maintien à la charge maximale de 3 N avec une vitesse de chargement de 1 N/min pour l'acier T91.

Après cette sélection, la courbe moyenne représentative de l'essai est déterminée. Dans la suite de notre étude, pour chaque essai, nous travaillons avec la courbe moyenne qui a été déterminée suivant la procédure décrite précédemment.

La Figure 3-7 représente les courbes moyennes de fluage par indentation des aciers T91 et T22 sous une charge de 3N avec une vitesse de chargement de 1N/min, et un temps de maintien de 3600 secondes à la charge maximale.



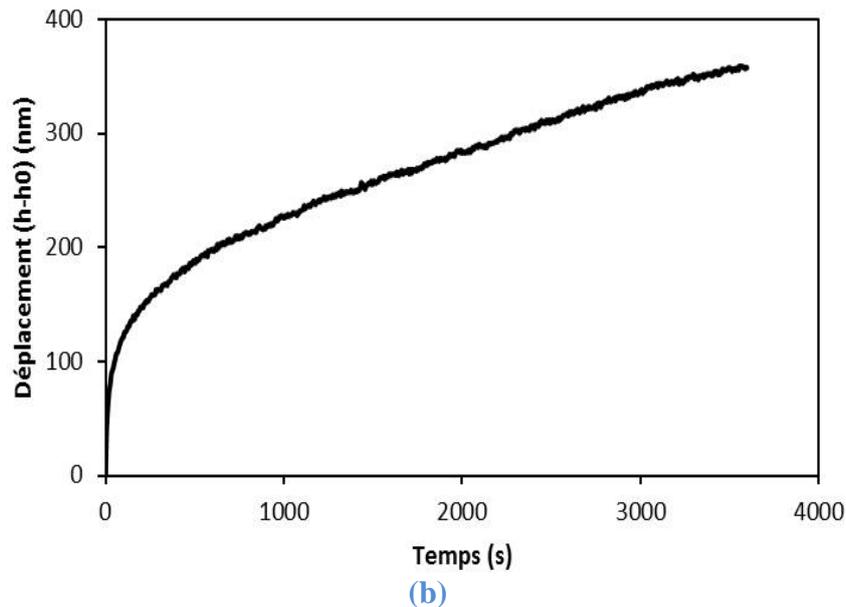


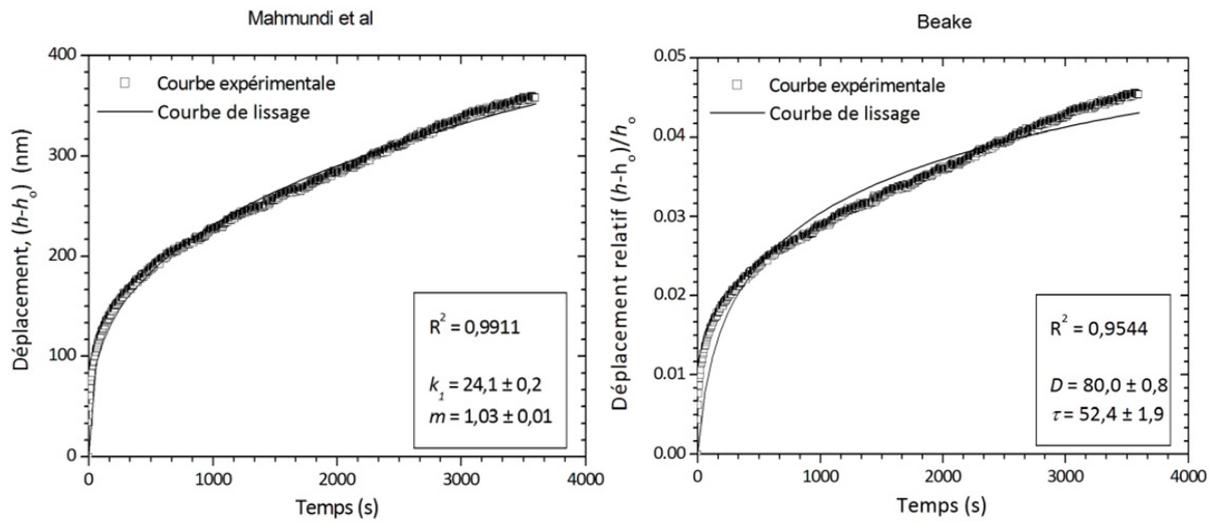
Figure 3-7 *Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 3 N pour les aciers (a) T91 et (b) T22.*

Contrairement aux courbes de fluage obtenues par des essais classiques qui présentent généralement trois stades de fluage (primaire ou instantané, secondaire ou stationnaire et tertiaire ou de rupture), les courbes de fluage obtenues par indentation ne présentent évidemment que les deux premiers stades de fluage. La première partie de la courbe dite de fluage primaire correspond à une augmentation rapide du déplacement de l'indenteur qui s'accompagne de la diminution de la vitesse d'indentation jusqu'à atteindre une valeur constante. A partir de cette valeur constante, nous entrons dans le stade de fluage stationnaire qui correspond à la variation linéaire de la profondeur de pénétration en fonction du temps. L'absence du troisième stade ici est due au fait qu'en indentation, on ne peut observer de rupture du matériau.

3.2 Influence du temps de maintien sur la courbe de fluage

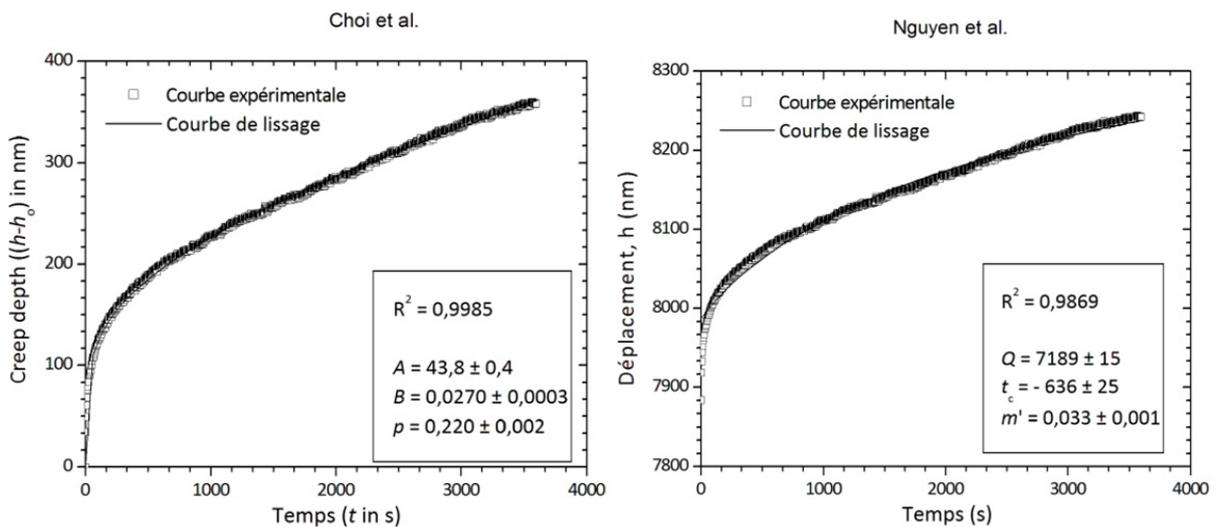
Tel qu'énoncé au chapitre 1, il existe deux approches permettant d'analyser les courbes de fluage par indentation. Une basée sur des lois phénoménologiques ou descriptives du fluage et l'autre sur des modèles rhéologiques. Ces lois proposent de représenter mathématiquement les courbes donnant le déplacement de l'indenteur en fonction du temps pendant le maintien. Plusieurs auteurs ont proposé des modèles mathématiques à partir des deux approches. Dans le but de discuter la validité de ces modèles et leur capacité à bien représenter le déplacement de l'indenteur en fonction du temps de maintien, nous avons ajusté les courbes moyennes

déterminées expérimentalement par ces modèles. La Figure 3-8 représente la courbe de fluage par indentation du T22 lissée par les modèles mathématiques énoncés au chapitre 1. Nous remarquons que les modèles de Chicot et Mercier [9], Choi [8] et Mahmudi et Rezaee-Bazzaz [11] représentent bien nos points expérimentaux avec un coefficient de corrélation, R^2 , supérieur ou égal à 0,99. Pour le modèle de Nguyen and Szommer [10], le coefficient de corrélation est aussi élevé mais ce modèle semble être inapproprié pour décrire le stade primaire de notre courbe de fluage.



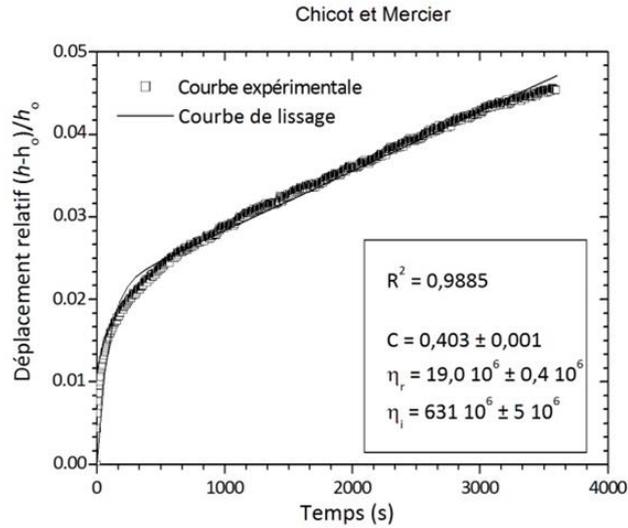
(a) $h(t) = h_0 + k_1 \frac{1}{t^{(2m+1)}} [11]$

(b) $\frac{h(t)}{h_0} = \frac{D}{h_0} \ln\left(\frac{t}{\tau} + 1\right) [12]$



(c) $h(t) = h_0 + A, t^p + B, t [8]$

(d) $h(t) = Q, (t - t_c)^{\frac{m'}{2}} [10]$



$$(e) \frac{h(t) - h_0}{h_0} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_0^2} \cdot \left\{ \frac{1}{E_R} \cdot \left[1 - \exp\left(-t \frac{E_R}{\eta_R}\right) \right] + \frac{t}{\eta_I} \right\}$$

Figure 3-8 Variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 3 N avec une vitesse de chargement de 1 N/min pour l'acier T22 et application des différents modèles pour représenter la courbe.

Le modèle de Beake [12] ne décrit pas correctement le comportement au fluage par indentation de l'acier T22 sur les deux stades de la courbe de fluage. Sur la base de ces observations, les modèles qui semblent être mieux appropriés pour décrire le comportement au fluage de l'acier T22 sont ceux de Choi et *al.* [8], Chicot et Mercier [9], et Mahmudi et Rezaee-Bazzaz [11].

Nous suggérons ici que le temps de maintien à la charge maximale est un paramètre important qui peut nous permettre de sélectionner le modèle représentatif du comportement au fluage par indentation de nos matériaux. En effet, si le modèle considéré est représentatif du comportement au fluage du matériau, les paramètres de lissage ne doivent pas dépendre du temps de maintien à la charge maximale. Cette hypothèse n'est pas toujours confirmée étant donné que le modèle doit représenter les deux parties, stade primaire (partie loi puissance) et stade secondaire (partie linéaire), de la courbe de fluage par indentation. Ainsi, comparée au fluage primaire, la durée du fluage secondaire devrait avoir une influence significative sur la détermination des paramètres de lissage. Nous avons donc ajusté la courbe de fluage par indentation obtenue à différents temps de maintien, allant de courtes durées (de 0 à 30 secondes) vers de longues durées (0 à 3600 secondes) par la suite, nous avons tracé la

variation des différents paramètres de lissage en fonction du temps de maintien considéré pour le lissage. La Figure 3-9 représente l'évolution des paramètres de lissage en fonction du temps de maintien pour les modèles précédemment sélectionnés.

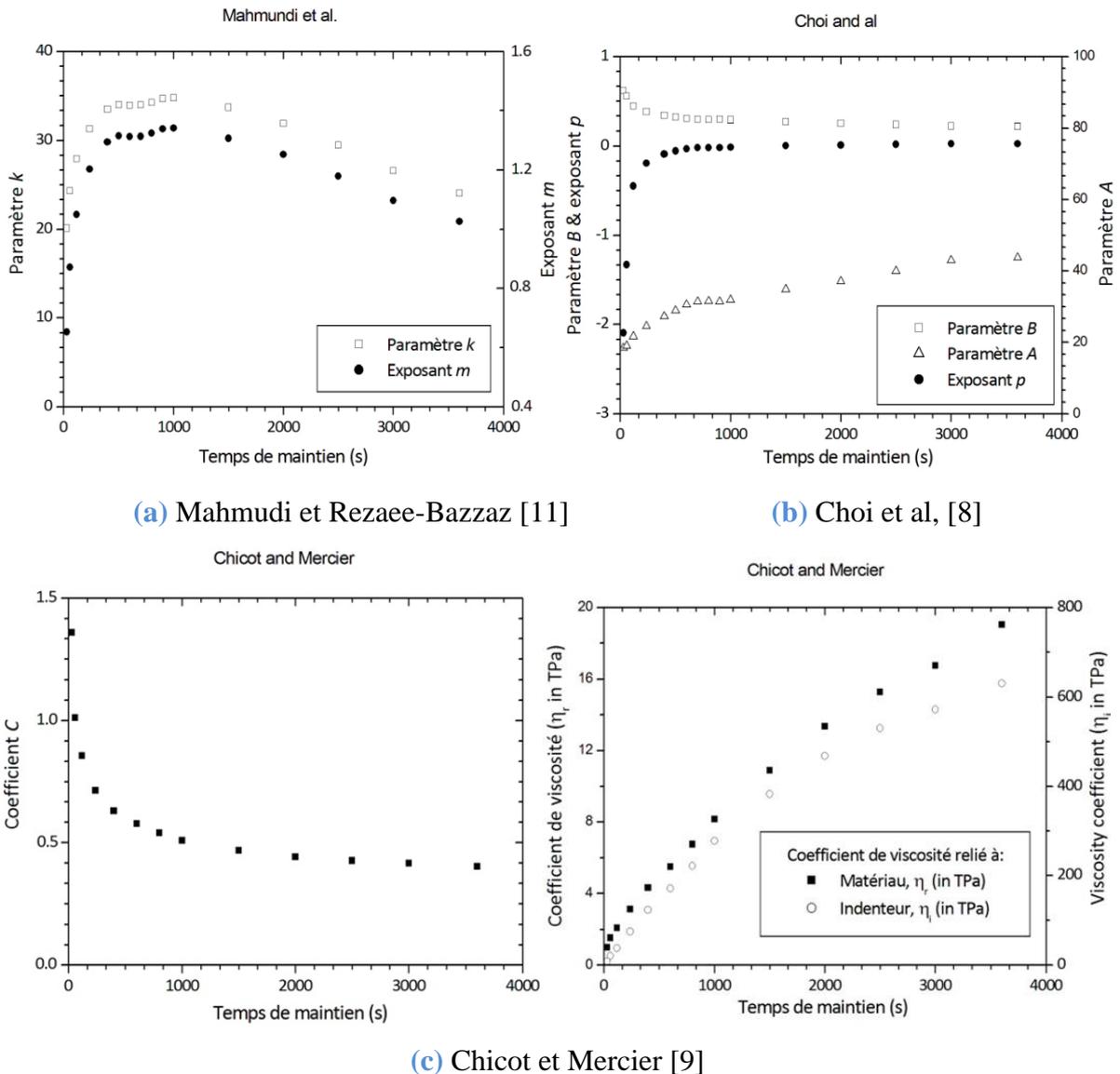


Figure 3-9 Variation des paramètres de lissage en fonction du temps de maintien pour l'acier T22 sous une charge d'indentation de 3 N et une vitesse de chargement de 1 N/min.

Pour le modèle de Mahmudi and Rezaee-Bazzaz [11] (Figure 3-9.a), les deux paramètres de lissage k_1 et m croissent entre 0 et 400 secondes et deviennent constants jusqu'à 1000 secondes environ et décroissent ensuite jusqu'à 3600 secondes. Pour le modèle de Chicot et Mercier [9] (Figure 3-9.c), les deux coefficients de viscosité varient de manière continue en fonction du temps de maintien ce qui ne nous permet pas d'utiliser ce modèle pour

caractériser le comportement au fluage par indentation. Pour le modèle de Choi et al, [8] (Figure 3-9.b), tous les paramètres de lissage varient lorsque le temps de maintien est inférieur à 1000 secondes. Après cette valeur limite, les paramètres de lissage deviennent constants ; ce qui confirme ainsi que seul ce modèle est capable de décrire entièrement le comportement au fluage par indentation des matériaux. Ce résultat confirme aussi qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser un temps de maintien supérieur à 1000 secondes environ car tous les paramètres de lissage gardent la même valeur après ce temps limite. Le même constat a été fait en étudiant la courbe de fluage par indentation de l'acier T91 sous une charge de 3N et une vitesse de chargement de 1 N/min (Figure 3-10).

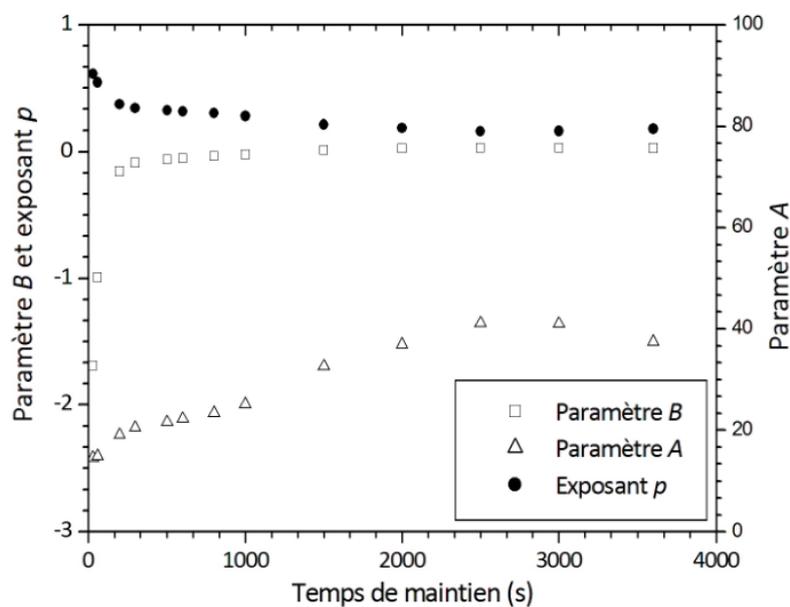


Figure 3-10 Variation des paramètres de lissage du modèle de Choi en fonction du temps de maintien pour l'acier T91 sous une charge d'indentation de 3 N et une vitesse de chargement de 1 N/min.

Pour la suite, nous proposons pour étudier le fluage par indentation instrumentée d'appliquer la charge d'indentation pendant seulement 1000 secondes et d'appliquer le modèle de Choi et al. [8], qui est le mieux adapté pour l'analyse du comportement au fluage par indentation.

4 Influence de la vitesse de chargement

Pour étudier l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement au fluage, nous avons effectué des essais de fluage par indentation sur les deux aciers (T91 et T22) sous une

charge de 3 N avec un temps de maintien de 1000 secondes et ceci à plusieurs vitesses de chargement : 0,5 N/min, 1 N/min, 6 N/min, 9 N/min, 30 N/min. Nous avons répété l'essai 10 fois pour chaque condition. La Figure 3-11 représente les courbes moyennes de fluage obtenues pour ces deux matériaux.

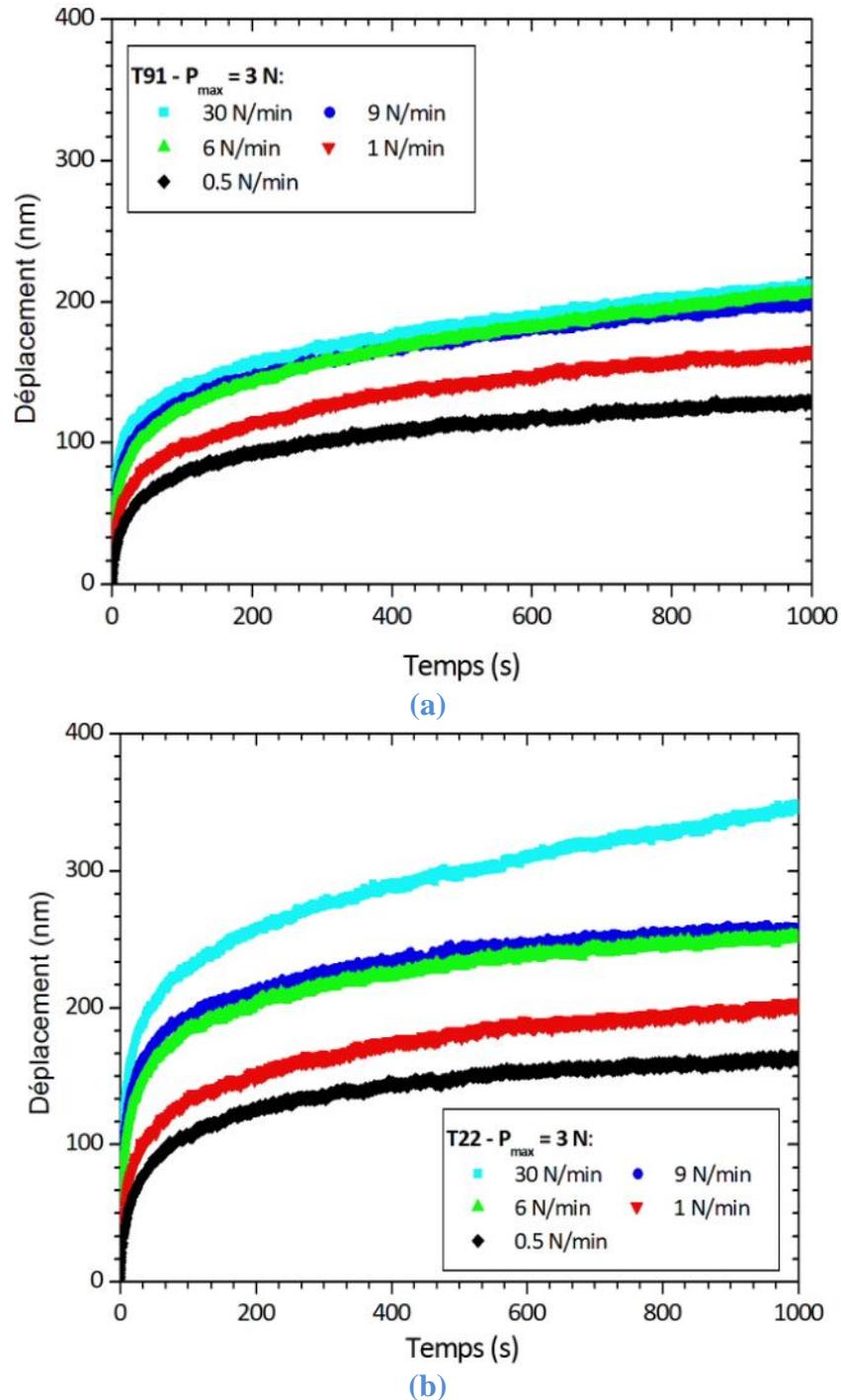


Figure 3-11 Courbes de fluage par indentation des aciers (a) T91 et (b) T22 obtenues sous une charge de 3 N et un temps de maintien de 1000 secondes.

Nous remarquons sur ces deux graphes que la vitesse de chargement influence significativement la réponse du matériau au fluage par indentation. En effet, le déplacement de l'indenteur dans le matériau durant le maintien à charge constante croît avec la vitesse de chargement. Cette tendance est observée de manière générale, à l'exception des courbes réalisées à 6 N/min et 9 N/min pour le T91 (Figure 3-11.a). Ce résultat peut être dû à un artefact durant l'essai. Ma et al. [130] ont fait une observation similaire lors de l'étude du comportement au fluage par nanoindentation de l'alliage à haute entropie CoCrFeCuNi. L'influence de la vitesse de chargement sur la réponse du matériau au fluage par indentation a également été étudié par d'autres auteurs [130]–[133]. D'après ces études, l'écoulement plastique peut être retardé pendant le chargement et relâché durant le maintien à la charge maximale dans le cas où l'on utilise une vitesse de chargement élevée. Par ailleurs, pour des faibles vitesses de chargement, le temps nécessaire pour atteindre la charge maximale durant le chargement est élevée et ainsi, peut avoir une influence sur le comportement au fluage durant le temps de maintien. Dans le but de comparer le comportement de nos matériaux et surtout de sélectionner une vitesse à laquelle les essais seront faits, nous avons recensé dans le Tableau 3-1, pour chaque vitesse de chargement, le déplacement total de l'indenteur durant le temps de maintien.

Vitesse de chargement (N/min)	$\Delta h (h_{\max} - h_0)$ (nm)		$\Delta h (T22) - \Delta h (T91)$ (nm)
	T22	T91	
0,5	164	129	35
1	202	164	38
6	251	207	44
9	259	198	61
30	345	213	132

Tableau 3-1 Déplacement de l'indenteur durant le temps de maintien pour les aciers T91 et T22 et différence entre les déplacements des deux matériaux.

Nous constatons que le déplacement de l'indenteur dans les deux matériaux augmente en fonction de la vitesse de chargement. Cependant, nous remarquons que le déplacement croît plus vite pour l'acier T22 comparé au T91. Ceci est clairement visible sur le Figure 3-12 où le déplacement de l'indenteur durant le maintien à la charge maximale croît en fonction de la vitesse de chargement à l'échelle logarithmique.

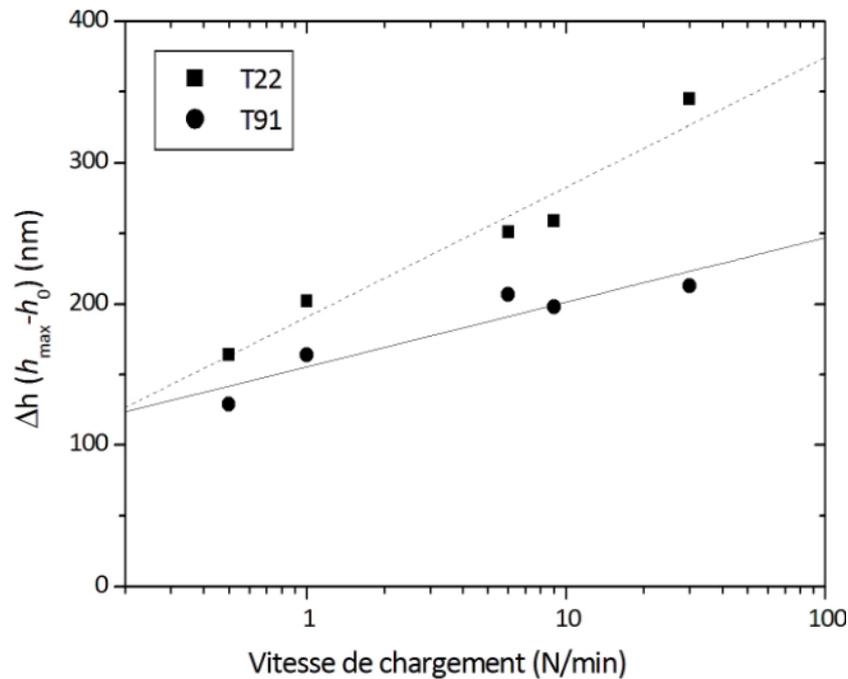
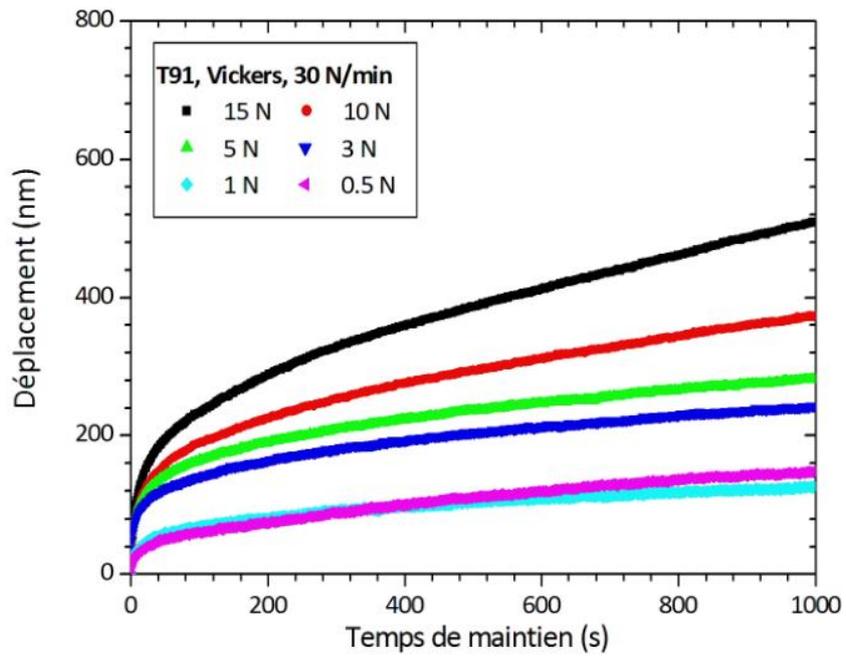


Figure 3-12 Variation du déplacement total de l'indenteur en fonction de la vitesse de chargement pour les aciers T91 et T22.

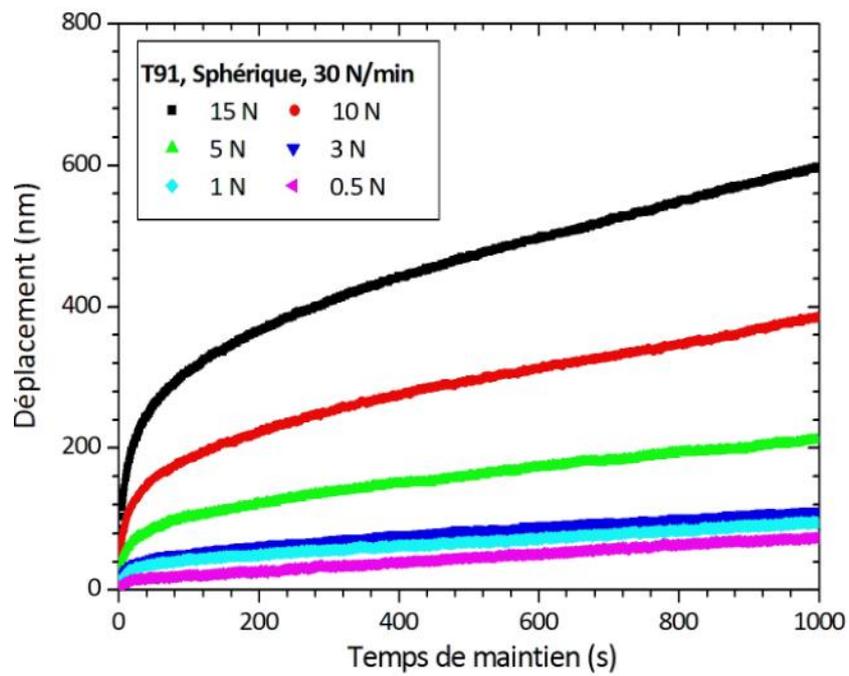
Dans le but de mieux différencier le comportement au fluage des aciers et de les classer suivant leur sensibilité au fluage, nous avons choisi d'utiliser la vitesse pour laquelle la différence entre les deux matériaux étudiés est la plus grande, c'est-à-dire 30 N/min dans le cadre de notre étude.

5 Influence de la charge de maintien et de la forme de l'indenteur

Pour étudier l'influence de la charge de maintien, des essais de fluage par indentation ont été effectués sur l'acier T91 en utilisant les indenteurs Vickers et sphérique et à plusieurs charges : 0,5 N, 1 N, 3 N, 5 N, 10 N et 15 N. Ces charges sont appliquées avec une vitesse de chargement de 30 N/min. La Figure 3-13 représente le déplacement de l'indenteur en fonction du temps effectué avec les indenteurs Vickers et sphérique.



(a)



(b)

Figure 3-13 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 (a) indenteur Vickers (b) indenteur sphérique.

Nous constatons que pour les deux indenteurs, la profondeur de pénétration de l'indenteur augmente avec la charge d'indentation, à l'exception de l'indenteur Vickers pour lequel nous observons qu'à 0,5 N, la profondeur est légèrement supérieure à celle obtenue à 1 N. Nous observons par ailleurs que la pente de la partie stationnaire de la courbe de fluage augmente avec la charge. Nous proposons de calculer cette pente, à partir du modèle de Choi et al. [8], à la fin du fluage c'est-à-dire à 1000 secondes de temps de maintien à partir de la relation suivante :

$$\left. \frac{dh(t)}{dt} \right|_{t=1000s} = A \cdot p \cdot t^{p-1} + B \Big|_{t=1000s} \quad (3.1)$$

La Figure 3-15 représente la pente de l'état stationnaire calculée à 1000 secondes en fonction de la charge d'indentation.

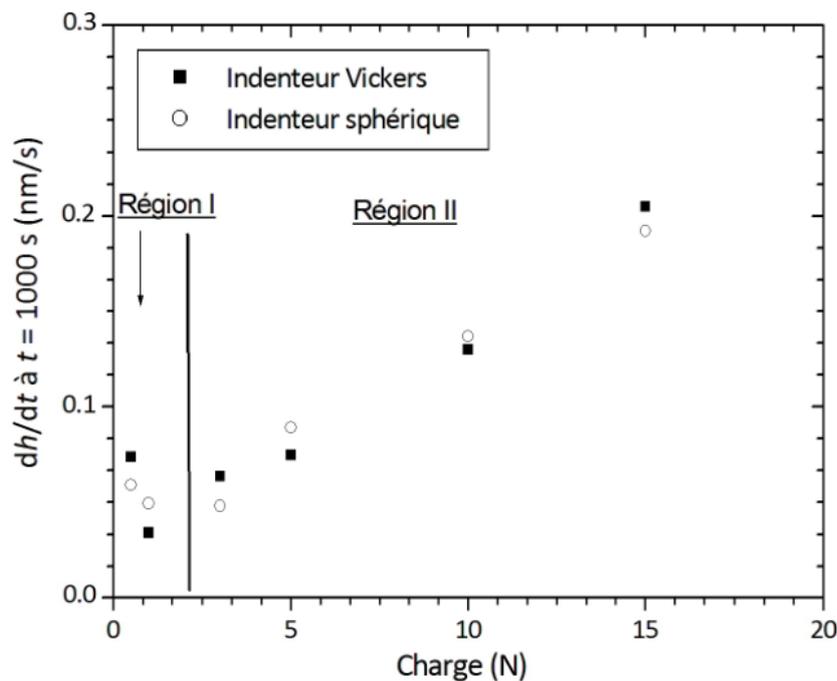


Figure 3-14 Pente de la courbe de fluage de l'acier T91 en fonction de la charge.

Pour des faibles charges, nous remarquons que la pente de la partie stationnaire de la courbe de fluage est faible et presque constante et comparable pour les deux types d'indenteur. Pour les charges supérieures à environ 3 N, la pente augmente linéairement en fonction de la charge. Nous pouvons ainsi séparer ce graphique en deux régions, la première région où le fluage secondaire est quasi nul correspond à un régime élastique tandis que la seconde peut

être attribuée à un régime plastique. Nous suggérons d'effectuer les essais à des charges supérieures ou égales à 3 N.

Pour étudier l'influence du type d'indenteur sur le comportement au fluage, nous traçons sur le même graphique, Figure 3-15, les courbes de fluage obtenues avec les deux indenteurs. Nous notons qu'à 3 N, la profondeur de pénétration atteinte avec l'indenteur Vickers est supérieure à celle obtenue avec l'indenteur de forme sphérique (Figure 3-15.a). Cette tendance est inversée lorsque la charge appliquée est égale à 15 N (Figure 3-15.b).

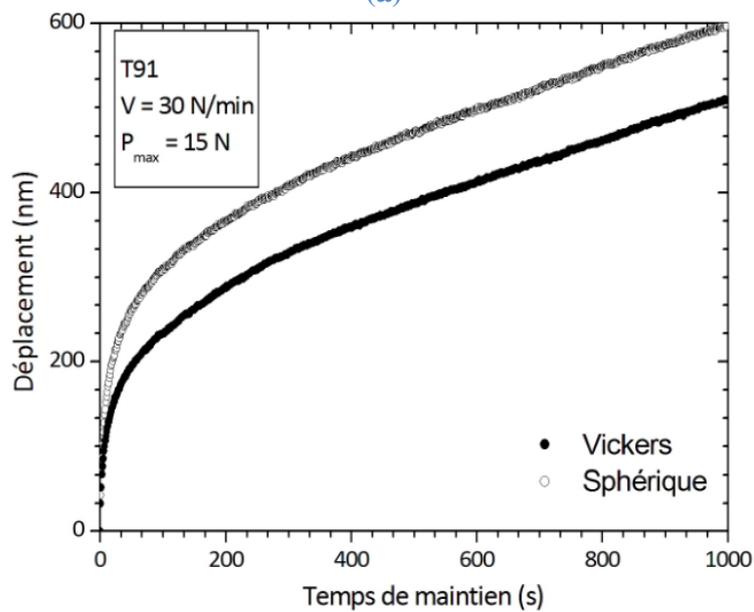
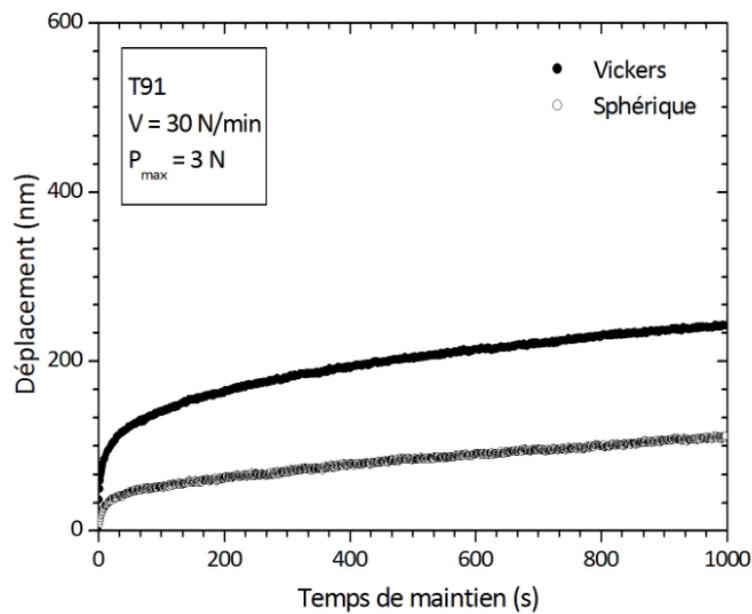


Figure 3-15 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 sous une charge de maintien de (a) 3 N et (b) 15N.

Par ailleurs, la sélection du type d'indenteur pour l'essai de fluage par indentation est un problème qui a été étudié par plusieurs auteurs. Choi et al. [8], en étudiant le comportement au fluage du nickel nanocristallin à température ambiante, ont montré par exemple que l'indenteur sphérique est plus indiqué pour étudier le comportement au fluage par indentation comparé à l'indenteur conique. Ainsi, ils ont démontré que l'exposant à la contrainte obtenu avec l'indenteur sphérique est similaire à celui obtenu par les essais de fluage classique effectués à température ambiante. Nous n'observons aucune différence significative entre les indenteurs pyramidal et sphérique lors de l'étude du comportement au fluage de nos matériaux. D'un point de vue général, ceci est probablement dû au fait que, au cours de l'essai de fluage par indentation, la contrainte sous l'indenteur varie pendant le maintien à la charge maximale quel que soit le type d'indenteur (pyramidal ou sphérique). D'autre part, comme vu au chapitre 1, Chu et Li [111] ont montré que pour un indenteur cylindrique, la contrainte d'indentation est constante pendant l'essai car l'aire de contact ne varie pas pendant l'essai.

6 Coefficient de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 à température ambiante

Après avoir déterminé les conditions optimales auxquelles nous effectuons nos essais, nous avons déterminé dans ce même travail le coefficient de sensibilité à la contrainte de nos deux matériaux. Le calcul est fait en utilisant la relation suivante :

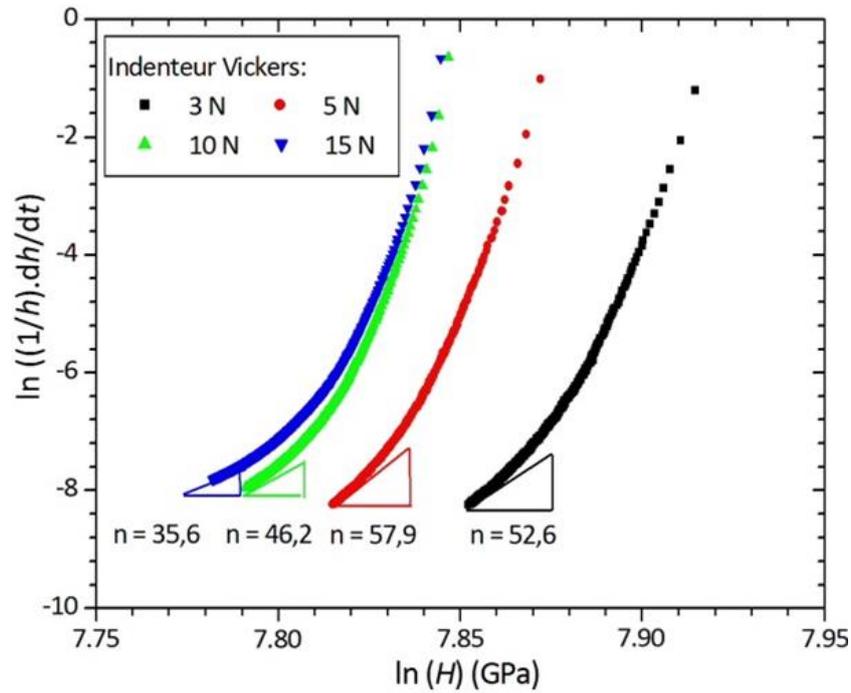
$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \sigma^n \quad (3.2)$$

L'exposant à la contrainte ou coefficient de sensibilité à la contrainte est obtenu en traçant en coordonnées logarithmiques la vitesse de déformation en fonction de la dureté, la dureté étant proportionnelle à la contrainte (Figure 3-16). La vitesse de déformation est calculée à partir de l'équation (3.3) où la profondeur utilisée est $(h-h_0)$ au lieu de h , et h_0 est la profondeur de pénétration de l'indenteur au début du fluage. $(h-h_0)$ représente la profondeur de déplacement de l'indenteur pendant le maintien à la charge maximale, c'est ce qui justifie son choix par rapport à h .

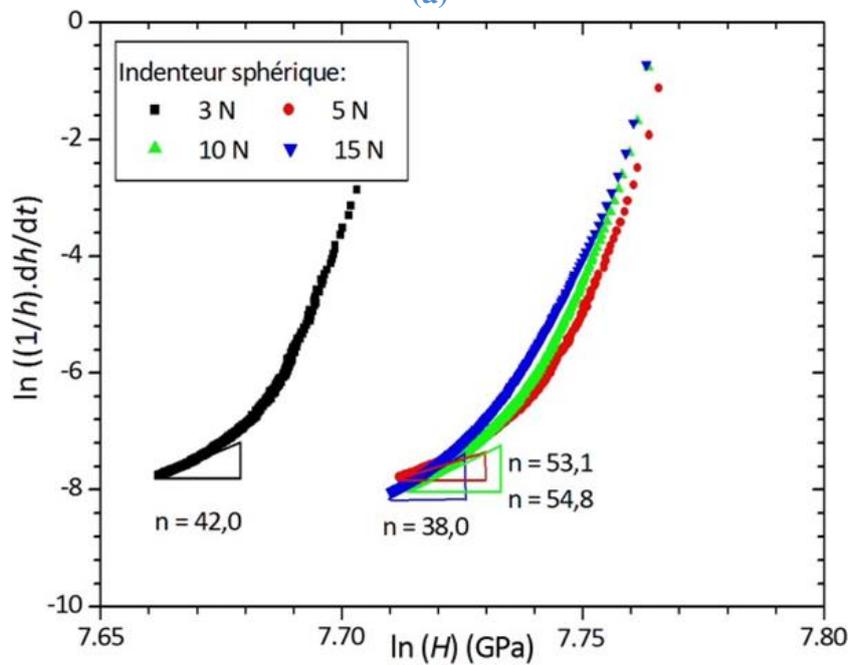
$$\dot{\varepsilon}_{p_{ind}} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{h} \cdot \frac{dh}{dt} \quad (3.3)$$

Le terme dh/dt est déterminé en utilisant le modèle de Choi et al. [8]. La vitesse de déformation est donc calculée à partir de la relation suivante (Equation (3.4)) :

$$\dot{\varepsilon}_{p_{ind}} = \frac{1}{(h-h_0)} \cdot [A \cdot p \cdot t^{p-1} + B] \quad (3.4)$$



(a)



(b)

Figure 3-16 Variation de la vitesse de déformation en fonction de la dureté pour l'acier T91 avec les indenteurs (a) Vickers et (b) de forme sphérique.

Le Tableau 3-2 recense les valeurs d'exposants à la contrainte obtenus pour les aciers T91 et T22 à différentes contraintes prises à partir de 3 N. On peut remarquer que les valeurs de l'exposant à la contrainte obtenues avec les deux types d'indenteur sont très proches et ne dépendent pas de la charge appliquée. Cependant, ces valeurs sont très élevées comparées à celles obtenues par les essais classiques. Néanmoins il est important de souligner que l'essai par indentation est effectué à température ambiante tandis que l'essai de fluage classique est généralement effectué à des températures qui sont supérieures à 500 °C.

Matériaux	T91		T22	
	<i>n</i> (Exposant à la contrainte)		<i>n</i> (Exposant à la contrainte)	
	Vickers	Sphérique	Vickers	Sphérique
Charge (N)				
3	52,6	42,0	62,5	51,5
5	57,9	38,2	94,6	99,9
10	46,2	53,1	90,3	102,8
15	35,6	54,8	51,6	88,7
Moyenne	48,0 ± 9	47,0 ± 8	74,8 ± 21	85,7 ± 24

Tableau 3-2 *Exposants à la contrainte des aciers T91 et T22*

Nous n'avons trouvé, dans la littérature, aucune étude sur le comportement au fluage des aciers T91 et T22 à température ambiante, encore moins leurs valeurs d'exposant à la contrainte à cette température. Par contre, des valeurs d'exposant à la contrainte ont été déterminées à différentes températures par Ray et al. [134], Song et al. [135] et Laha et al. [136] pour l'acier T22 et Kimura et al. [137] et Haney et al. [54] pour l'acier T91 (Tableau 3-2).

Matériaux	T91		T22			
	<i>n</i> (Exposant à la contrainte)		<i>n</i> (Exposant à la contrainte)			
	Température (°C)	[137]	[54]	[138]	[134]	[135]
500	-	18,6	-	-	-	-
550	16	-	-	-	10,3	12,1
600	12	11,9	15,1	4,9	-	-
650	-	-	12,3	-	-	-
700	-	-	5,8	-	-	-

Tableau 3-3 Exposants à la contrainte obtenus par les essais de fluage classique à différentes températures pour les aciers T91 et T22.

Comme nous pouvons le remarquer dans le Tableau 3-3, le coefficient de sensibilité à la contrainte dépend de la température et tend à augmenter lorsque la température diminue. Dans le but de comparer les valeurs des coefficients de sensibilité à la contrainte obtenues par les essais de fluage classique et celles obtenues par l'essai d'indentation, ces différents coefficients ont été représentés sur un même graphique en fonction de la température (Figure 3-17).

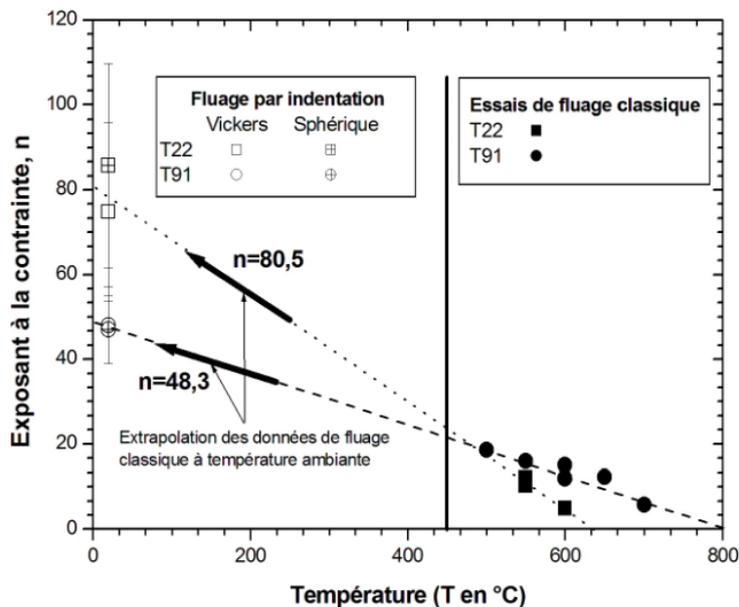


Figure 3-17 Coefficients de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 obtenus par indentation (indenteurs Vickers et sphérique) et par fluage classique en fonction de la température.

La Figure 3-17 montre que les coefficients de sensibilité à la contrainte obtenus par fluage classique et ceux obtenus par indentation suivent une même relation linéaire. Cette remarque est confirmée en extrapolant la valeur de l'exposant à température ambiante à partir des valeurs obtenues par fluage classique à haute température. La valeur extrapolée est autour de 48,3, qui est sensiblement proche des valeurs 48 et 47 obtenues avec les indenteurs Vickers et sphérique respectivement pour l'acier T91. Nous trouvons $n=80,5$ pour l'acier T22.

7 Conclusion du chapitre

L'influence des conditions de chargement a été étudiée ; en l'occurrence la vitesse de chargement avant et pendant le fluage. Il en ressort que pour une charge donnée, la vitesse de chargement n'a pas une influence considérable sur la profondeur de pénétration de l'indenteur, h_0 , au début du fluage. En revanche, la vitesse de chargement influence significativement la réponse du matériau au fluage par indentation.

L'utilisation des indenteurs Vickers ou sphérique n'a pas d'influence significative sur l'analyse du comportement au fluage par indentation.

Dans le but de classer les matériaux selon leur sensibilité au fluage, nous avons proposé une méthodologie qui consiste à imposer les conditions d'essais suivantes :

- Le temps de maintien à la charge maximale doit être égal à 1000 secondes étant donné qu'à partir de ce temps limite, les paramètres de lissage à partir du modèle de Choi et al. [8] deviennent constants.
- La vitesse de chargement doit être de l'ordre des dizaines de N/min afin d'amplifier le phénomène de fluage, nous avons choisi 30 N/min.
- La charge appliquée doit être supérieure à une valeur proche de 3 N et les essais doivent être effectués à plusieurs charges de maintien afin d'obtenir une valeur moyenne de l'exposant à la contrainte.
- Répéter les essais une dizaine de fois afin d'obtenir une courbe de fluage par indentation reproductible.
- Utiliser le modèle de Choi et al. [8] car il est le mieux indiqué pour représenter le comportement au fluage par indentation des matériaux.

Cette première étude à température ambiante permet déjà de comparer le comportement au fluage des deux matériaux (T91 et T22). Nous avons par exemple la Figure 3-12 qui donne l'évolution du déplacement de l'indenteur durant le maintien à la charge maximale en fonction de la vitesse de chargement où nous remarquons que le déplacement croît plus vite pour l'acier T22 comparé au T91. Cette variation permet de confirmer que l'acier T22 est plus sensible au fluage comparé à l'acier T91.

En appliquant la méthodologie présentée précédemment, il est possible de déterminer le coefficient de sensibilité à la contrainte. Nous avons vérifié qu'il correspond à l'extrapolation à température ambiante des valeurs obtenues à haute température par les essais de fluage classique.

L'objectif dans la suite de notre étude, pour les essais en température, sera de déterminer, l'exposant à la contrainte à des températures intermédiaires afin de le représenter graphiquement en fonction de la température.

CHAPITRE 4 :
RELAXATION PAR INDENTATION ET
EXTRAPOLATION RELAXATION - FLUAGE

CHAPITRE 4 : RELAXATION PAR INDENTATION ET EXTRAPOLATION	
RELAXATION - FLUAGE	111
1 Introduction	113
2 Relaxation par indentation	113
2.1 Courbe de relaxation par indentation	113
2.1.1 Méthode de sélection des courbes de relaxation.....	117
2.1.2 Influence de la profondeur de maintien	119
2.1.3 Approche mathématique de la description de la courbe de relaxation par indentation.....	120
2.2 Autres représentations des données de relaxation par indentation	122
2.3 Comparaison des courbes de relaxation par indentation	125
3 Corrélation fluage-relaxation	126
3.1 Méthode basée sur la relation de Hart	128
3.1.1 Application	132
3.2 Méthode basée sur une fonction polynômiale	133
3.2.1 Application	136
3.3 Discussion sur les méthodes de translation	141
3.4 Application sur les données de relaxation par indentation obtenues pour les aciers T91 et T22	142
4 Conclusion	146

1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement en relaxation par indentation des matériaux. Ceci est principalement motivé par les raisons suivantes :

- Le classement des matériaux selon leur sensibilité au fluage est le même en relaxation [139], [140].
- Des propriétés de fluage des matériaux peuvent être retrouvées à partir des données issues de l'essai de relaxation [2], [20], [79], [141].
- En indentation, l'essai de relaxation est plus représentatif de l'essai classique que l'essai de fluage.[122]

Sachant que l'essai de relaxation peut être utilisé pour classer les matériaux selon leur sensibilité au fluage [107], [139], [140], nous proposons dans un premier temps d'étudier le comportement en relaxation par indentation de nos matériaux et ensuite de proposer une méthodologie permettant d'établir une corrélation entre les données de relaxation et les propriétés de fluage. Cette méthode nous permet de déterminer le paramètre μ , qui est la pente de la droite de translation des courbes donnant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation à différents taux de déformation, dont l'inverse est comparable au coefficient de sensibilité à la contrainte obtenu par fluage.

2 Relaxation par indentation

2.1 Courbe de relaxation par indentation

La relaxation par indentation se traduit par une diminution progressive de la charge d'indentation pendant le maintien à une profondeur de pénétration donnée de l'indenteur. Ce phénomène se caractérise par un segment de droite vertical dans une représentation de la charge appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur. Cette partie verticale de la courbe est clairement visible sur la Figure 4-1 qui représente la courbe charge - déplacement obtenue en effectuant l'essai de relaxation de la charge de l'acier T91 dans le domaine de la macroindentation en fixant la profondeur d'enfoncement à 20 μm . Cette courbe comprend une partie chargement suivi d'un maintien de 2000 secondes avant le déchargement complet. Pendant le maintien à la profondeur maximale, la charge d'indentation diminue progressivement représentant la relaxation de la charge.

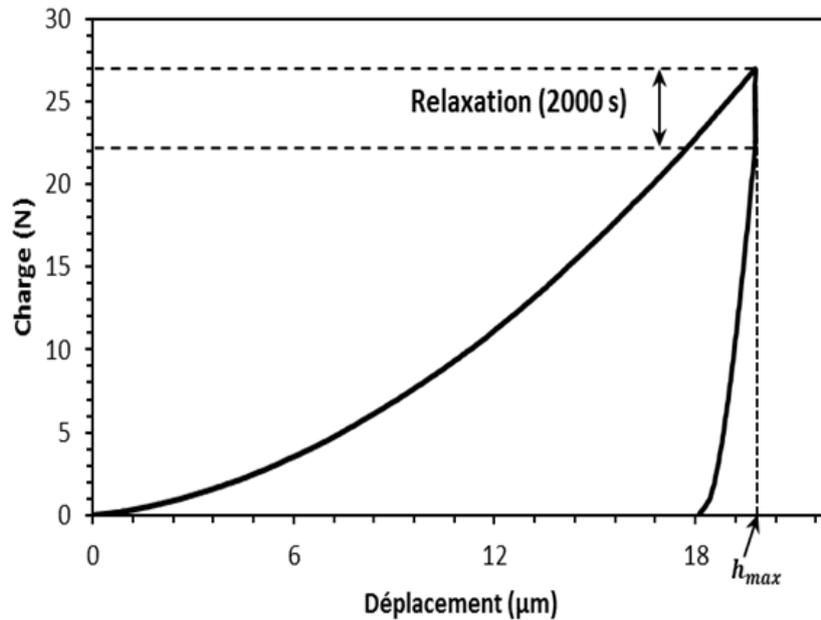
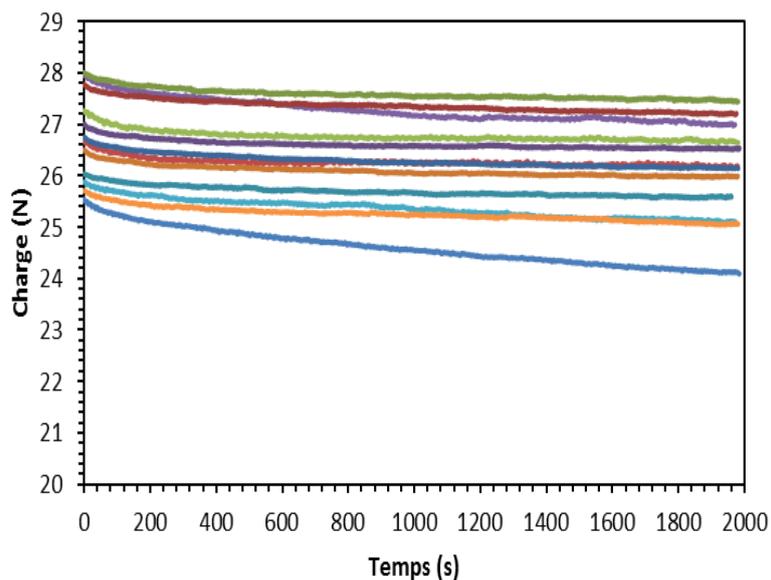


Figure 4-1 Courbe charge - déplacement pour l'acier T91 avec une vitesse de chargement de $V = 10 \text{ N/min}$ et un temps de maintien de 2000 secondes à la profondeur maximale de $20 \mu\text{m}$.

Les données obtenues à partir du maintien à la profondeur maximale permettent de tracer l'évolution de la charge ou de la contrainte caractéristique (dureté) pendant le maintien en fonction du temps. Nous avons réalisé 10 essais par condition d'indentation de manière à obtenir une courbe représentative du comportement en relaxation. La Figure 4-2 représente les courbes de relaxation de la charge d'indentation (Figure 4-2.a) ou de la contrainte caractéristique (dureté) (Figure 4-2.b), obtenues dans les mêmes conditions d'essais.



(a)

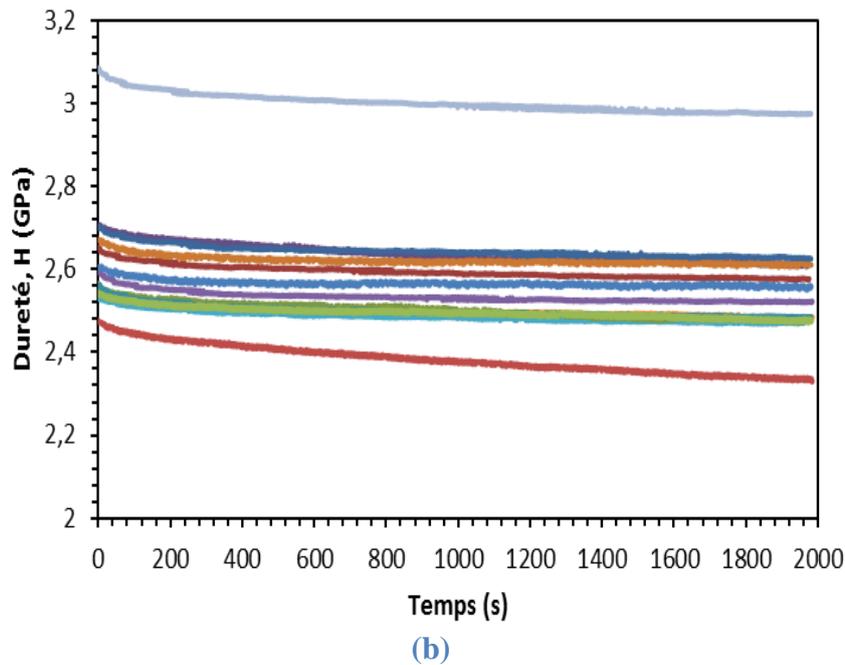


Figure 4-2. Variation (a) de la charge et (b) de la dureté en fonction du temps de maintien pour l'acier T91.

On remarque comme pour les essais de fluage par indentation que les essais de relaxation par indentation sont sensibles à la localisation de l'essai à la surface du matériau. Par exemple, la charge et la contrainte caractéristique initiale au début de la relaxation varient respectivement de 25 N à 28 N et de 2,5 GPa à 2,8 GPa pour les essais effectués sur l'acier T91 à une profondeur maximale de 20 μm .

Pour minimiser l'influence de ces variations expérimentales, la courbe de relaxation peut être normalisée, c'est-à-dire que l'on peut représenter, en fonction du temps, la variation de la charge divisée par la charge initiale (Fig. 4-3a), $\frac{P}{P_0}$, ou de la contrainte sur la contrainte initiale (Fig. 4-3b), $\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{H}{H_0}$, où P_0 , σ_0 et H_0 représentent respectivement les valeurs de la charge, de la contrainte et de la dureté mesurées au début de la relaxation, c'est-à-dire à la charge maximale de l'essai. Toutefois, même en normalisant ces essais, on note une forte dispersion des courbes liée à la localisation de l'essai.

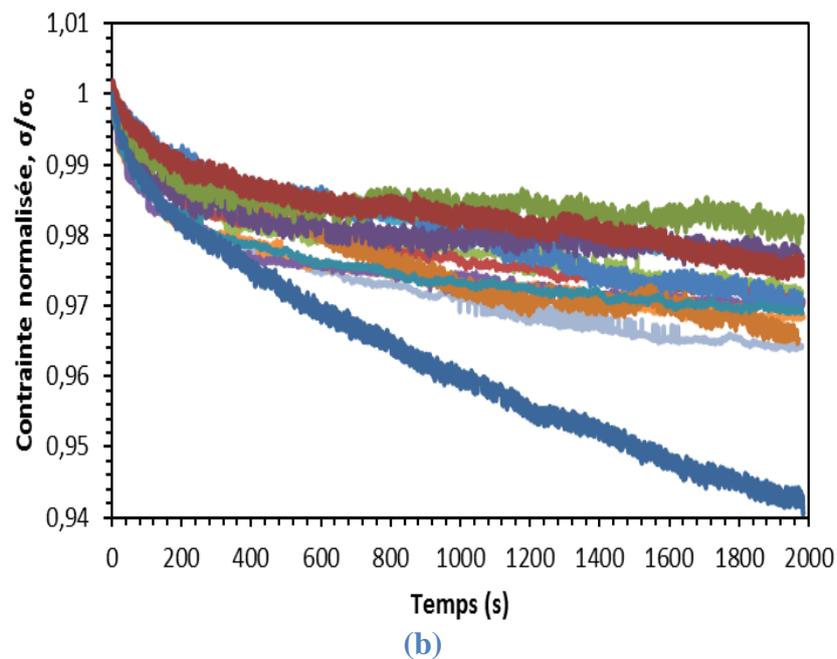
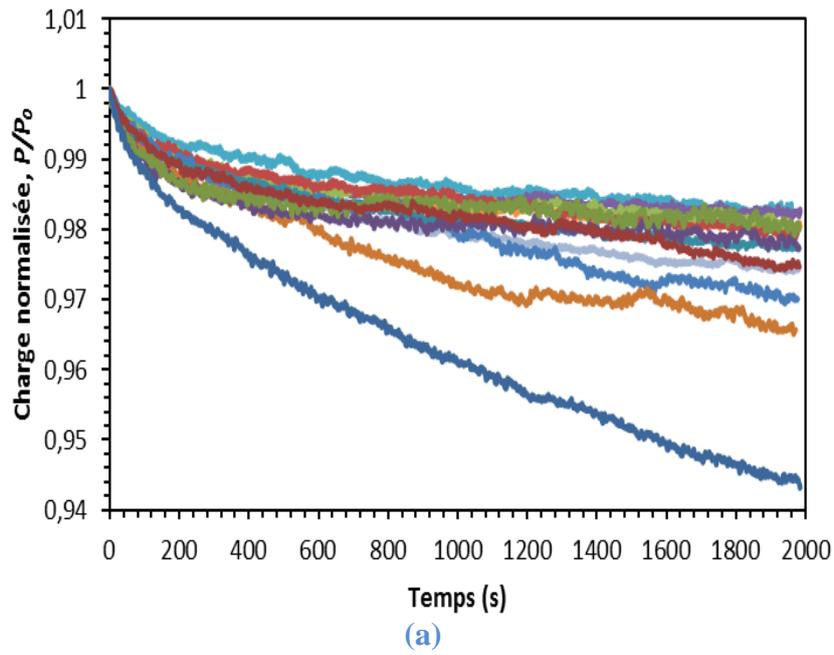


Figure 4-3 Variation (a) de la charge normalisée et (b) de la dureté normalisée en fonction du temps de maintien pour l'acier T91.

Face à ces dispersions, se pose la question du choix de (ou des) courbe(s) représentative(s) du comportement en relaxation du matériau. C'est l'objet de la prochaine partie qui décrit la méthodologie que nous avons adoptée pour la sélection des courbes utilisées par la suite pour l'identification de la relaxation.

2.1.1 Méthode de sélection des courbes de relaxation

Ainsi, pour déterminer la courbe représentative, nous avons utilisé une méthode similaire à celle développée dans le chapitre précédent. Pour cela, nous avons calculé le rapport entre la charge à la fin de la relaxation (P_f) et la charge initiale en début de la relaxation (P_0), soit le rapport $\frac{P_f}{P_0}$. Pour chaque courbe, nous avons comparé ce rapport à la valeur moyenne calculée avec l'ensemble des données. Si le rapport de la courbe i est en dehors de la moyenne plus ou moins l'écart type, alors la courbe n'est pas considérée dans l'analyse. Cela nous a ainsi permis de sélectionner nos courbes. Par exemple, la Figure 4-4 relative à l'essai de relaxation du T91 à la profondeur de 20 μm montre que les courbes 5, 6 (très en dehors), 9 et 10 (en limite de domaine) n'ont pas été sélectionnées pour l'étude.

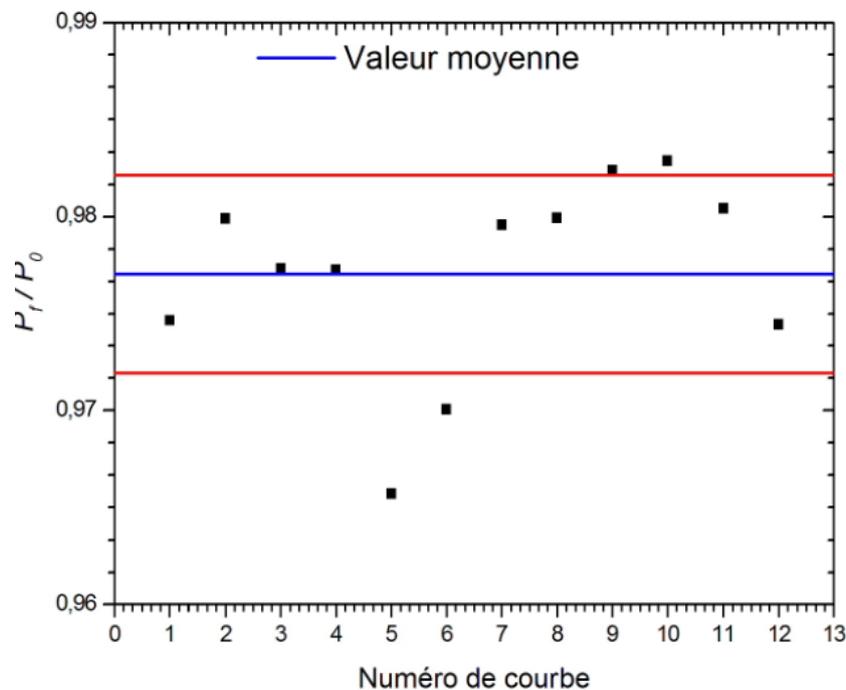


Figure 4-4 Rapport de la charge en fin de maintien sur la charge au début du maintien, $\frac{P_f}{P_0}$, pour l'essai de relaxation de l'acier T91 d'une durée de 2000 secondes et réalisé à une profondeur de 20 μm .

En partant de la procédure de sélection des courbes de relaxation que nous venons de décrire, nous en calculons une courbe moyenne. La Figure 4-5 représente ces courbes moyennes de relaxation obtenues pour l'acier T91 pour une profondeur de maintien de 20 μm : (a) variation de la charge d'indentation en fonction du temps de maintien ; (b) variation de la dureté en fonction du temps de maintien ; (c) variation de la charge d'indentation normalisée en

fonction du temps de maintien et (d) variation de la contrainte normalisée en fonction du temps de maintien. Il est intéressant de noter que l'allure générale des courbes de relaxation obtenues par indentation suit une forme analogue à celle qui serait obtenue par traction uniaxiale [60].

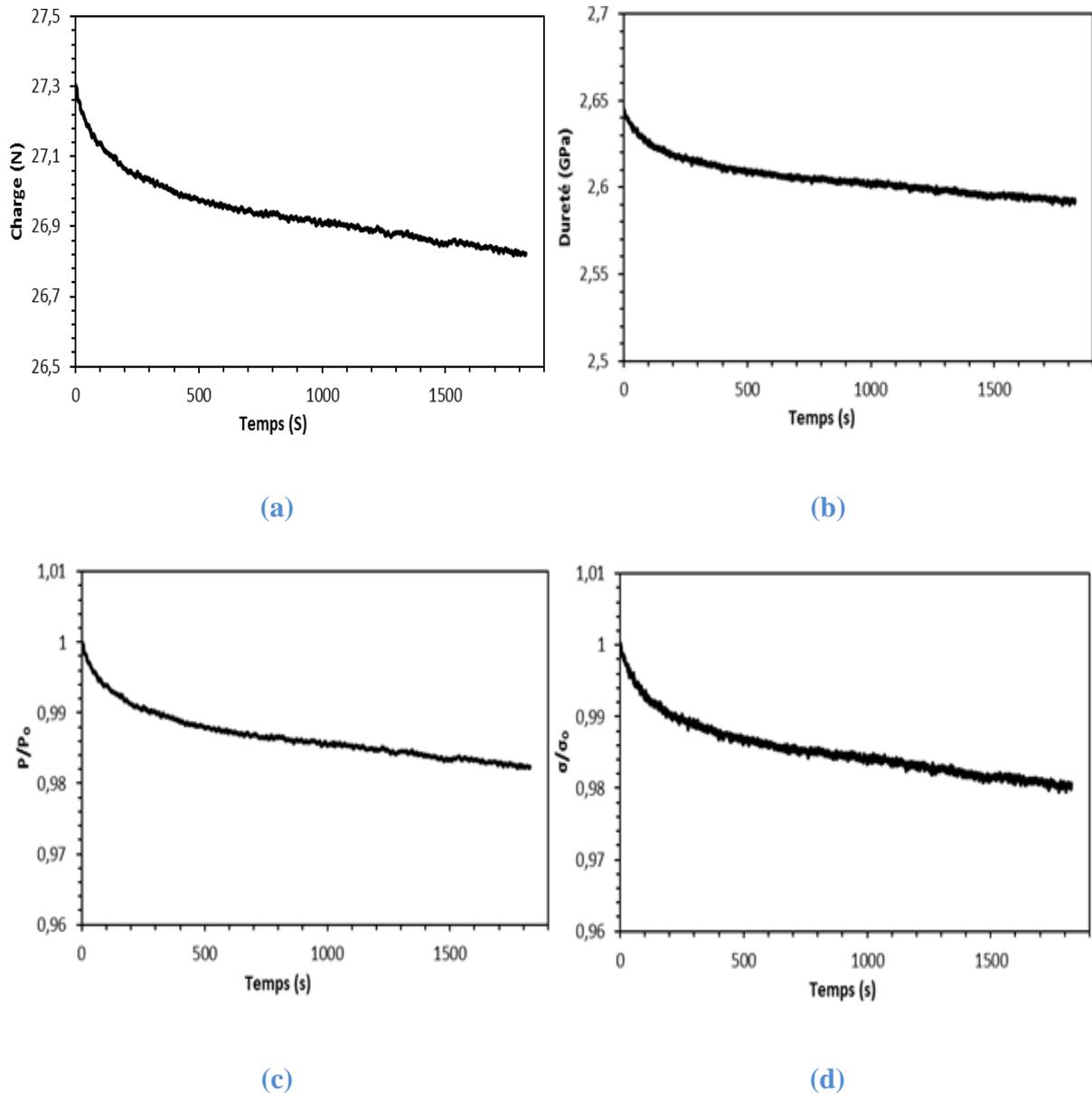


Figure 4-5 Courbes moyennes de relaxation par indentation pour une profondeur de maintien de 20 μm pour l'acier T91.

Dans la suite de ce travail, nous utilisons la représentation de la courbe de relaxation donnant soit la variation de la charge, soit de la contrainte normalisée en fonction du temps de maintien, suivant les cas, car elles permettent de s'affranchir des variations, même minimes,

observées sur la charge maximale atteinte lorsque la profondeur d'indentation est fixée. Cela permet de mieux comparer les courbes entre elles.

2.1.2 Influence de la profondeur de maintien

Pour étudier l'influence de la profondeur de maintien sur le comportement en relaxation (aptitude du matériau à relaxer la charge ou la contrainte), nous avons effectué les essais de relaxation sur l'acier T91 en fixant trois profondeurs de maintien de l'indenteur (20 μm , 25 μm et 30 μm) en maintenant constante la durée de la phase de relaxation, bien évidemment. Les courbes moyennes de relaxation, obtenues selon les critères définis au paragraphe précédent, sont représentées sur la **Figure 4-6** sur laquelle nous remarquons que la contrainte normalisée décroît d'autant plus rapidement que la profondeur de maintien est élevée avec la même durée de relaxation. Ce constat est en accord avec les travaux de Taub et Luborsky [142] qui montrent la même tendance des courbes de relaxation de la contrainte de traction obtenues avec différents taux de déformations.

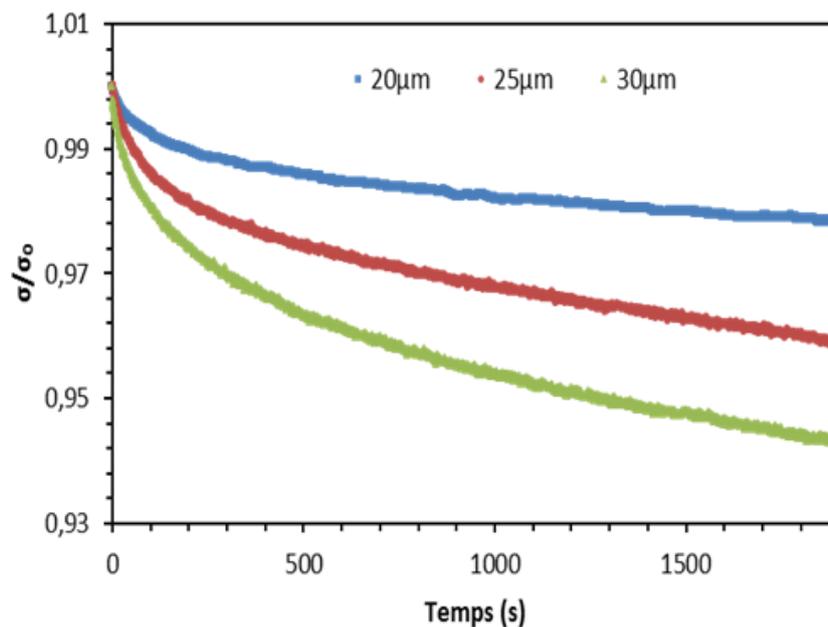


Figure 4-6 Courbes moyennes de relaxation pour différentes profondeurs de maintien pour l'acier T91.

La **Figure 4-6** montre à l'évidence que la sensibilité à la relaxation par indentation d'un matériau augmente avec la profondeur. Le choix de la profondeur (ou de la charge équivalente

pour atteindre cette profondeur d'indentation) est donc d'importance pour étudier l'amplitude de variation de la charge en fonction du temps de maintien.

2.1.3 Approche mathématique de la description de la courbe de relaxation par indentation

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, la déformation totale constante imposée pendant l'essai de relaxation par traction se décompose en un terme plastique ε_p et un terme élastique ε_e dont la somme reste donc constante au cours du temps. Ceci permet d'exprimer la vitesse de déformation plastique comme étant l'opposée de la vitesse de déformation élastique. La corrélation entre l'essai de relaxation par indentation et l'essai de relaxation par traction est faite en utilisant la relation de Tabor pour déterminer la vitesse de déformation plastique autour de l'indenteur pendant l'essai de relaxation par indentation comme suit :

$$\dot{\varepsilon}_{p_{ind}} = -\dot{\varepsilon}_{e_{ind}} = -\frac{1}{E} \cdot \frac{d\sigma}{dt} = -\frac{1}{E.C} \cdot \frac{dH}{dt} = -\frac{1}{E.C.A_c} \cdot \frac{dP}{dt} \quad (4.1)$$

Où C est la constante de Tabor [89] qui vaut 3 pour la plupart des matériaux.

Le calcul de la vitesse de déformation plastique est donc possible à partir de la connaissance de la variation de la charge en fonction du temps, ou de sa dérivée. Cette dérivée peut être calculée expérimentalement point par point mais par souci de simplification, le mieux est sans doute d'ajuster la courbe de relaxation par une loi mathématique. De manière générale, deux approches mathématiques ont été développées pour représenter l'évolution de la contrainte au cours de la relaxation en essai classique : soit la relation logarithmique proposée par Feltham [70], soit la loi puissance proposée par Gupta et Li [73]. Ces relations peuvent être adaptées au cas de la relaxation par indentation en remplaçant simplement la contrainte par différents paramètres selon les cas :

i) Par la charge d'indentation

$$P(t) = P_0 - \alpha_2 \cdot \ln(1 + \beta_2 \cdot t) \quad (4.2)$$

α_2 et β_2 sont des paramètres ajustables.

$$P(t) = P_i + K_1 \cdot (t + a_1)^{\frac{1}{m_1^* - 1}} \quad (4.3)$$

P_i, K_1, a_1 et m_1^* sont des paramètres ajustables.

ii) Par la dureté

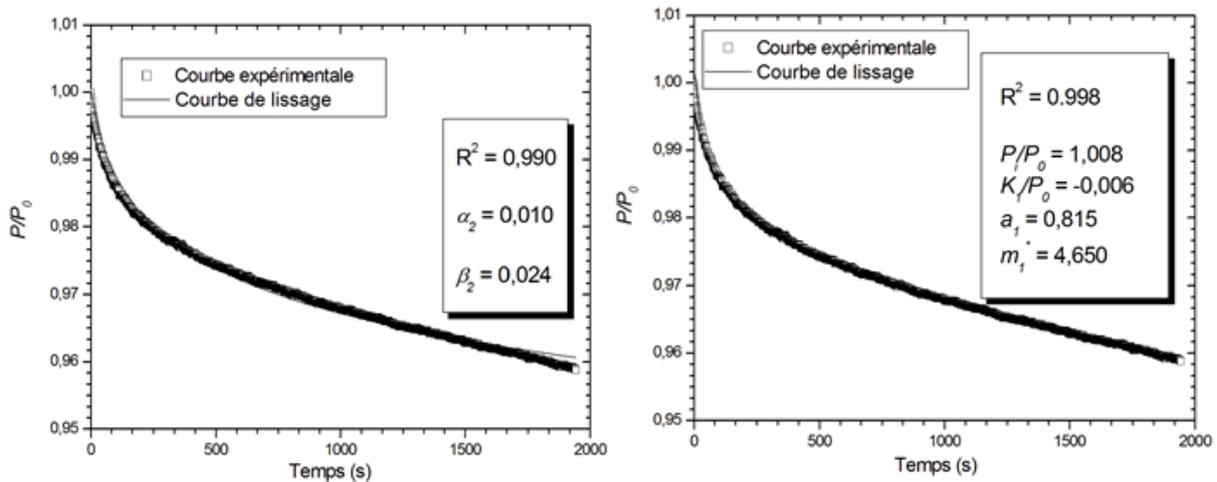
$$H(t) = H_0 - \alpha_3 \cdot \ln(1 + \beta_3 \cdot t) \quad (4.4)$$

α_3 et β_3 sont des paramètres ajustables.

$$H(t) = H_i + K_2 \cdot (t + a_2)^{\frac{1}{m_2^* - 1}} \quad (4.5)$$

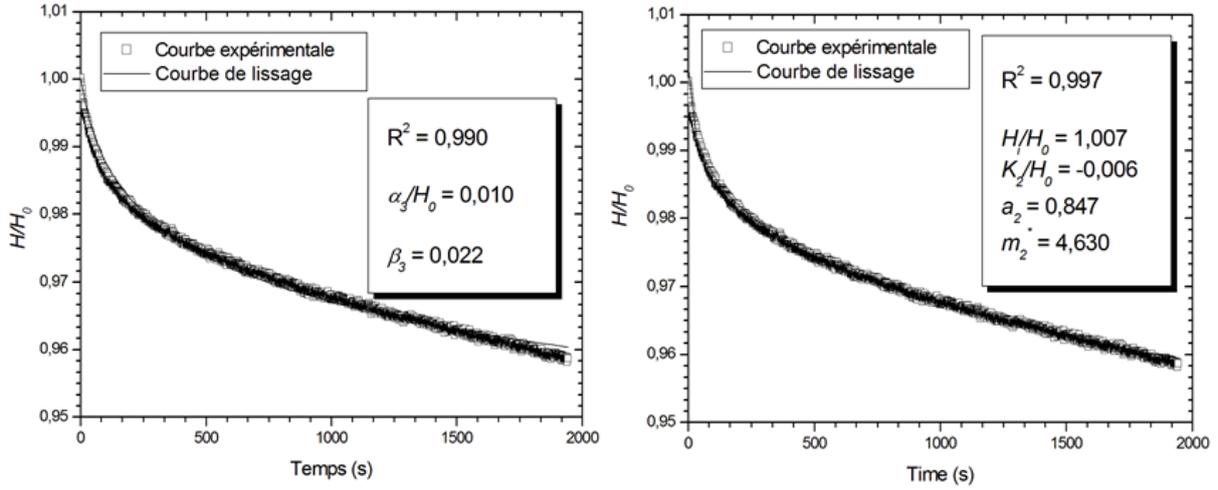
H_i, K_2, a_2 et m_2^* sont des paramètres ajustables.

La **Figure 4-7** représente la courbe de relaxation par indentation de l'acier T91 représentée par les relations (4.2) à (4.5). Nous remarquons que ces modèles représentent bien l'évolution des points expérimentaux avec un coefficient de corrélation, R^2 , supérieur ou égal à 0,99. Nous constatons tout de même une légère divergence (**Figure 4-7.a et c**) entre les points expérimentaux et la loi logarithmique (relations (4.2) et (4.4)) pour les plus grandes valeurs du temps, c'est-à-dire proches de 2000 secondes. Ceci s'explique sans doute par le fait que la loi logarithmique tend plus rapidement vers une asymptote vers les durées d'essais de relaxation élevées alors que la courbe expérimentale tend à décroître de manière plus régulière, quasi linéaire.



$$(a) \frac{P(t)}{P_0} = 1 - \frac{\alpha_2}{P_0} \cdot \ln(1 + \beta_2 \cdot t)$$

$$(b) \frac{P(t)}{P_0} = \frac{P_i}{P_0} + \frac{K_1}{P_0} \cdot (t + a_1)^{\frac{1}{m_1^* - 1}}$$



$$(c) \frac{H(t)}{H_0} = 1 - \frac{\alpha_3}{H_0} \cdot \ln(1 + \beta_3 \cdot t)$$

$$(d) \frac{H(t)}{H_0} = \frac{H_i}{H_0} + \frac{K_2}{H_0} \cdot (t + a_2)^{\frac{1}{m_2^* - 1}}$$

Figure 4-7 Variation de la charge normalisée en fonction du temps de maintien représentée par les lois (a) logarithmique et (b) puissance. Variation de la dureté normalisée en fonction du temps de maintien représentée par les lois (c) logarithmique et (d) puissance.

Dans la suite de cette étude, la vitesse de déformation des matériaux est calculée à partir de l'équation (4.1) en utilisant la loi puissance représentant la charge (Eq. 4.3) ou la dureté (Eq. 4.5) en fonction du temps. Les équations obtenues sont similaires et prennent la forme suivante :

$$\dot{\epsilon}_{p_{ind}} = -\frac{1}{E.C} \cdot \frac{K_2}{m_2^* - 1} \cdot (t + a_2)^{\frac{-m_2^* + 2}{m_2^* - 1}} = -\frac{1}{E.C.A_c} \cdot \frac{K_1}{m_1^* - 1} \cdot (t + a_1)^{\frac{-m_1^* + 2}{m_1^* - 1}} \quad (4.6)$$

2.2 Autres représentations des données de relaxation par indentation

De manière générale, les données issues d'un essai de relaxation peuvent être représentées par la variation en échelle bilogarithmique de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique pendant la relaxation. Cette représentation, qui permet de caractériser l'état mécanique d'un matériau à tout instant, peut être générée par l'équation suivante proposée par Hart [20]:

$$\ln \left[\frac{\sigma^*}{\sigma} \right] = \left[\frac{\dot{\epsilon}^*}{\dot{\epsilon}} \right]^\lambda \quad (4.7)$$

Où

$$\ln(\sigma) = \omega_1 - \omega_2 \cdot e^{-\lambda \cdot \ln(\dot{\epsilon})} \quad (4.8)$$

$$\text{Où } \omega_1 = \ln(\sigma^*) \text{ et } \omega_2 = e^{\lambda \cdot \ln(\dot{\epsilon}^*)}$$

L'équation (4.7) peut être réécrite pour le cas de la relaxation par indentation comme suit :

$$\ln \left[\frac{H^*}{H} \right] = \left[\frac{\dot{\epsilon}_{p_{ind}}^*}{\dot{\epsilon}_{p_{ind}}} \right]^\lambda \quad (4.9)$$

Où H est la dureté du matériau et $\dot{\epsilon}_{p_{ind}}$ est la vitesse de déformation plastique.

Etant donné que la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant la relaxation reste constante pendant l'essai, et que la dureté se définit comme le rapport de la charge sur l'aire de contact, l'équation d'état (**Eq. 4.9**) peut être réécrite dans le cas de la relaxation par indentation sous la forme suivante :

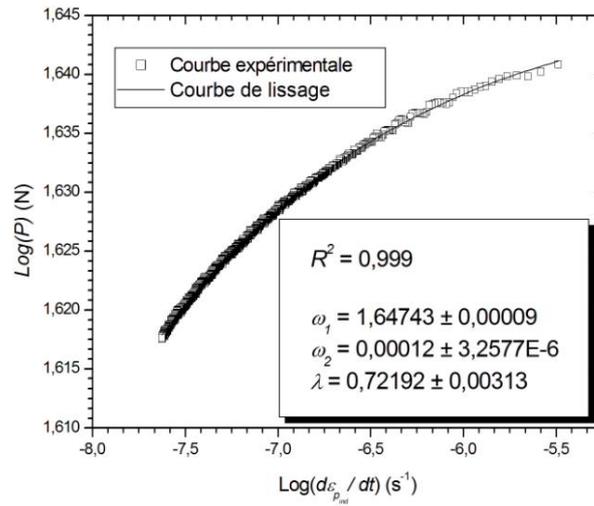
$$\ln \left[\frac{H^*}{P/A_c} \right] = \left[\frac{\dot{\epsilon}_{p_{ind}}^*}{\dot{\epsilon}_{p_{ind}}} \right]^\lambda \quad (4.10)$$

A partir de l'équation (4.10) nous obtenons la relation suivante :

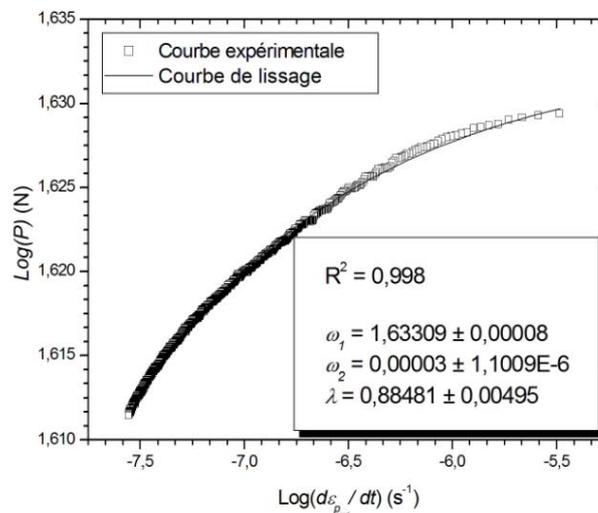
$$\ln(P) = \omega'_1 - \omega'_2 \cdot e^{-\lambda \cdot \ln(\dot{\epsilon}_{p_{ind}})} \quad (4.11)$$

$$\text{Où } \omega'_1 = \ln(H^* \cdot A_c) \text{ et } \omega'_2 = e^{\lambda \cdot \ln(\dot{\epsilon}_{p_{ind}}^*)}$$

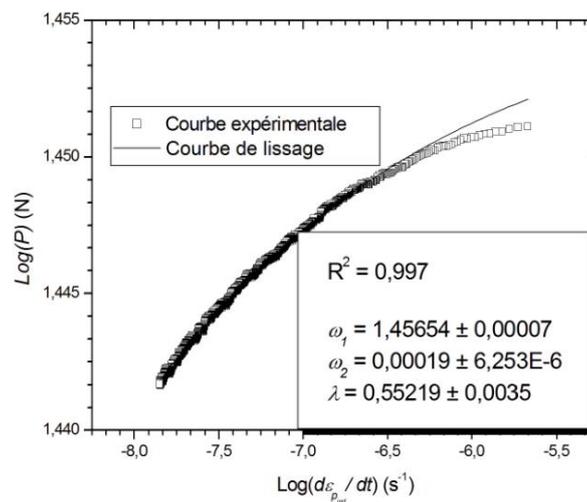
Ainsi, la relation (**4.11**) permet de représenter dans une échelle bi-logarithmique l'évolution de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique. Appliquée à nos données de relaxation par indentation, la Figure 4-8 montre l'évolution de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique.



(a)



(b)



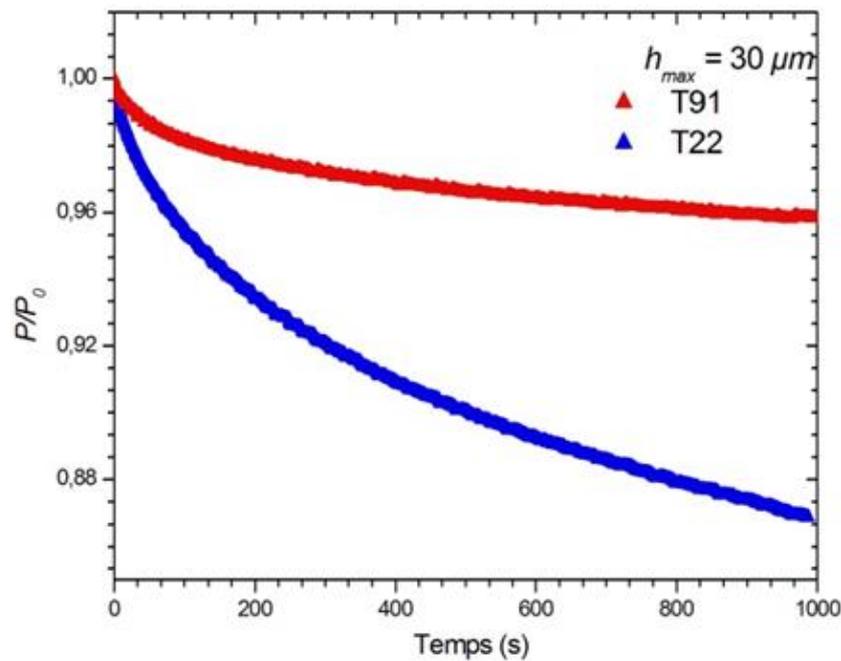
(c)

Figure 4-8 Variation de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique pour l'acier T91 à une profondeur de maintien de (a) 30 μm , (b) 25 μm et (c) 20 μm .

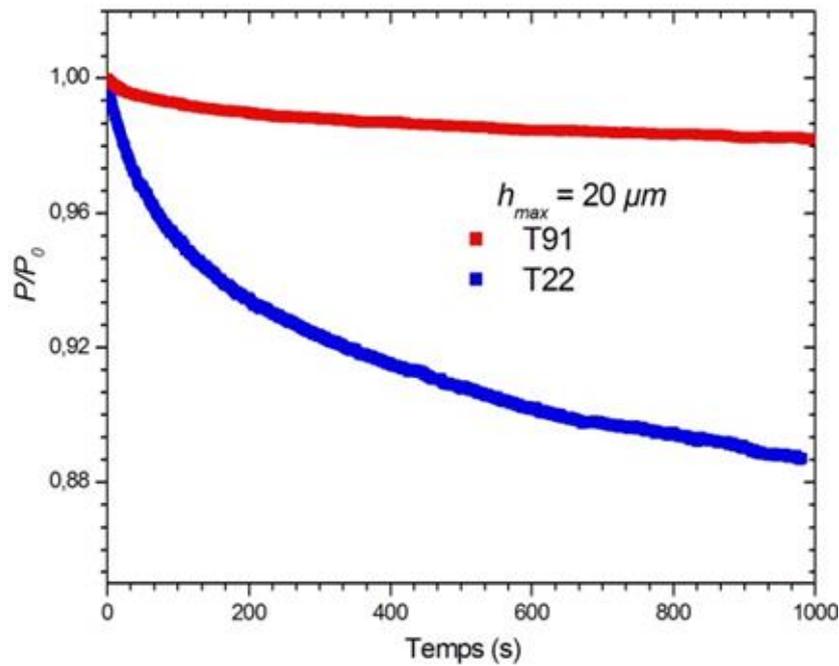
On remarque sur la Figure 4-8 que la relation (4.11) représente bien les données expérimentales avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,99. Cette représentation sera utilisée dans la suite quand il s'agira d'appliquer le modèle de Hart sur nos données expérimentales.

2.3 Comparaison des courbes de relaxation par indentation

La Figure 4-9 représente les courbes de relaxation obtenues par indentation sur les aciers T91 et T22 pour les profondeurs de maintien de 30 μm et 20 μm . Après 1000s de maintien à la même profondeur, on remarque, par exemple pour la profondeur de 30 μm , que l'acier T91 a un rapport de charge de l'ordre de 0,96 alors qu'il est de 0,87 pour l'acier T22 ce qui traduit le fait, comme nous le savons, que l'acier T91 est moins sensible à la relaxation que l'acier T22.



(a)



(b)

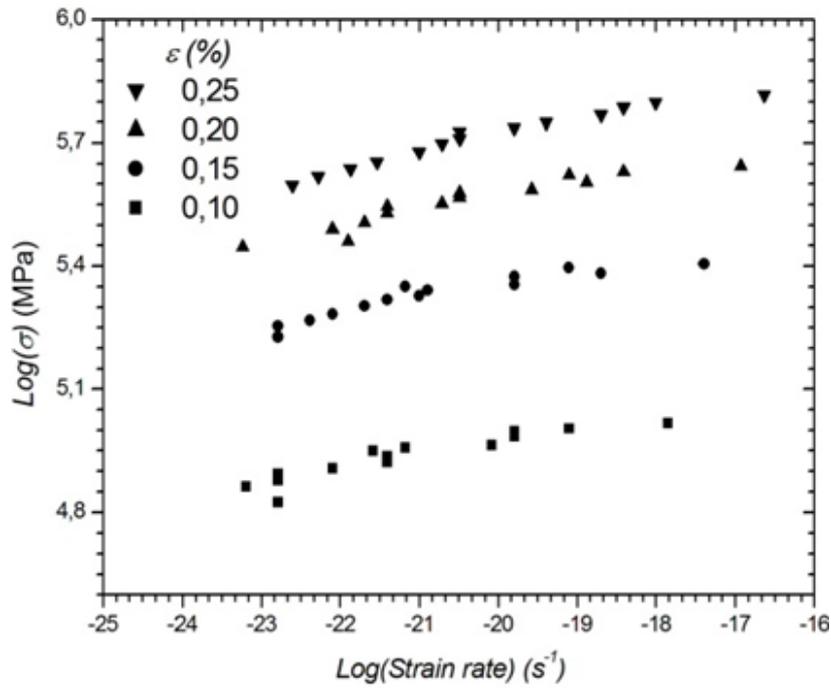
Figure 4-9 Variation de la charge normalisée en fonction du temps de maintien pour les aciers T91 et T22 aux profondeurs de maintien de (a) 30 μm et (b) 20 μm .

Cette comparaison est la même que celle observée en fluage par indentation, ce qui conforte l'idée selon laquelle le classement des matériaux selon leur sensibilité au fluage est le même qu'en relaxation.

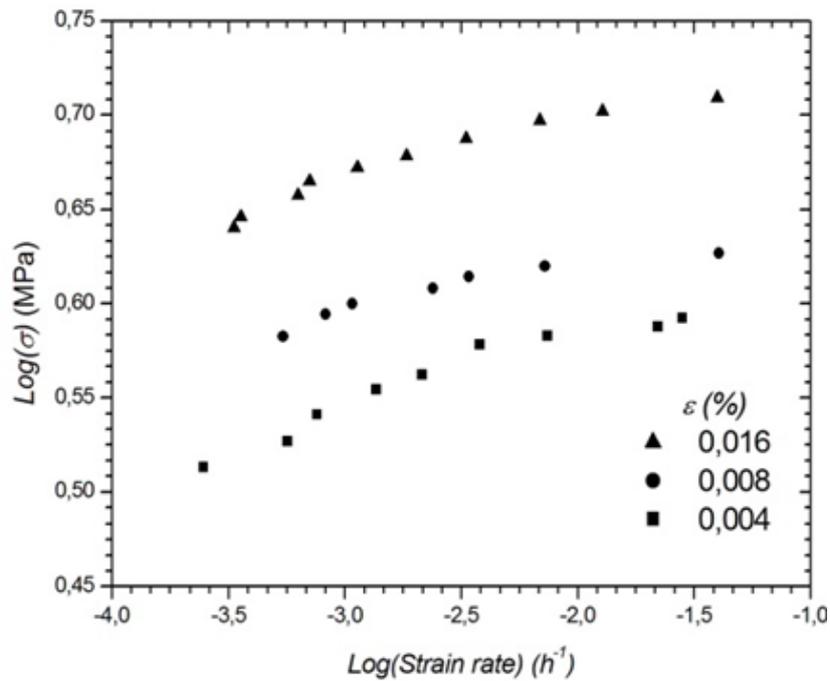
3 Corrélation fluage-relaxation

Dans cette partie, il est question de trouver une corrélation entre le fluage et la relaxation par indentation. Pour cela, nous proposons deux approches mathématiques permettant de construire, à partir des courbes obtenues par relaxation, la courbe maîtresse qui décrit le comportement du matériau, et de déterminer le paramètre d'homothétie μ qui est défini au chapitre 1 comme étant la pente de la droite de translation des courbes contrainte - vitesse de déformation plastique. L'intérêt de ce coefficient est que son inverse est comparable (devrait être le même selon les travaux de Hart et Solomon) au coefficient de sensibilité à la contrainte déterminé par fluage. Les deux méthodes de calcul proposées ici sont au préalable appliquées sur des courbes issues de la littérature [21], [22] (Figure 4-10). Ces courbes représentent, à différents taux de déformation, les courbes contrainte - vitesse de déformation obtenues lors

de l'essai de relaxation par traction sur l'acier 12Cr à 773 K (Figure 4-10.a) et sur le Plomb à température ambiante (Figure 4-10.b).



(a)



(b)

Figure 4-10 Courbes contrainte/vitesse de déformation (a) de l'acier 12Cr [22] et (b) du Pb [21].

Comme nous le verrons par la suite, ces méthodes ont été validées sur ces matériaux puis appliquées aux courbes (Figure 4-11) que nous avons obtenues par indentation, donnant la charge d'indentation en fonction de la vitesse de déformation plastique. Ces courbes présentent apparemment une relation d'échelle au même titre que les courbes donnant la contrainte en fonction de la vitesse comme définie par Hart [20].

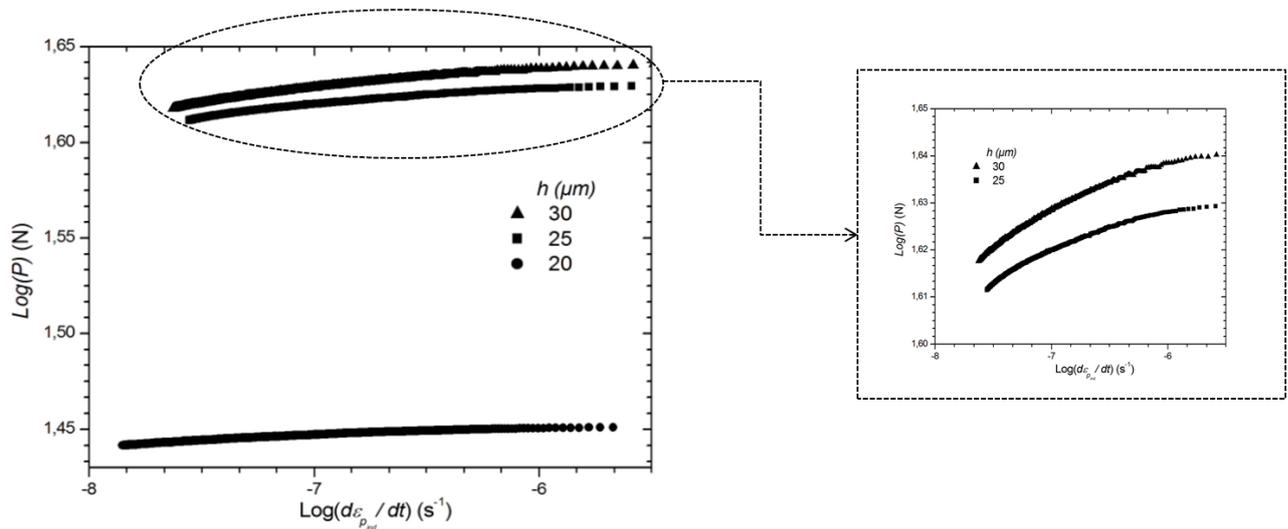
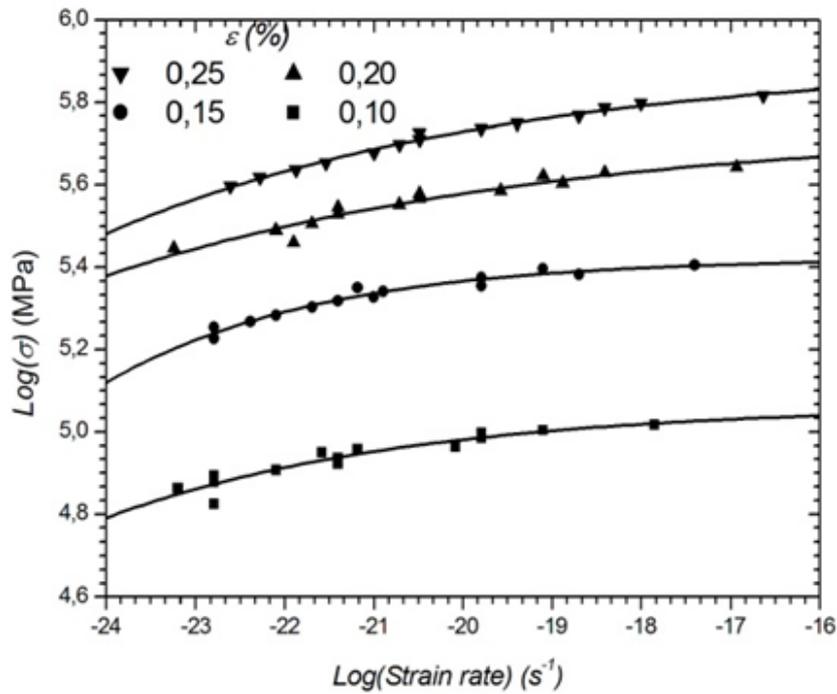


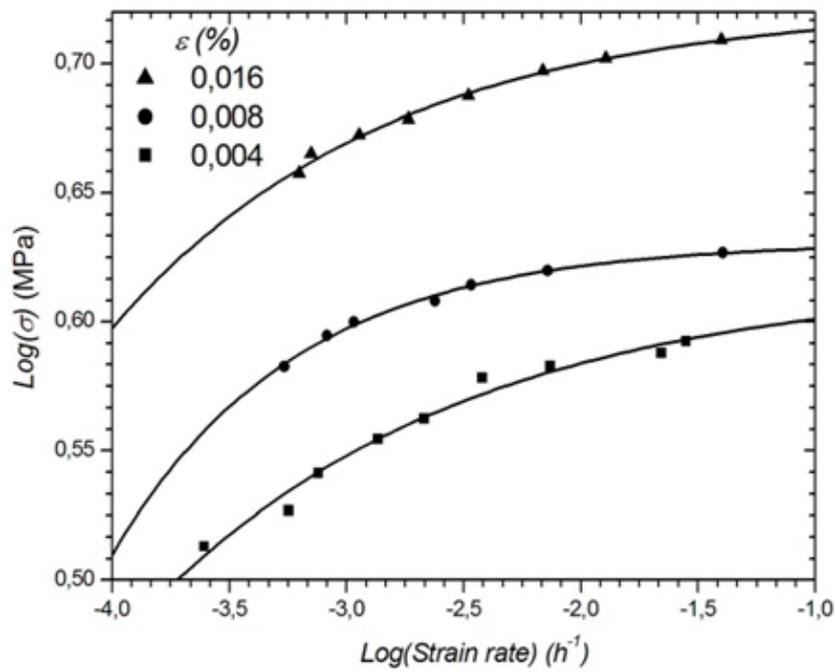
Figure 4-11 Variation de la charge de relaxation en fonction de la vitesse de déformation plastique obtenue en relaxation par indentation à différentes profondeurs pour l'acier T91.

3.1 Méthode basée sur la relation de Hart

La méthodologie de Hart repose sur le fait que la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique au cours de l'essai de relaxation peut être décrite par l'équation (4.7) (Figure 4-12) proposée par Hart et que la droite de translation relie des points équivalents, c'est-à-dire les points de chaque courbe ayant la même pente.



(a)



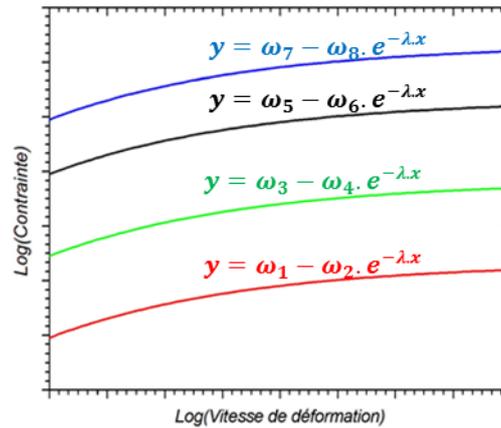
(b)

Figure 4-12 Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique (a) pour quatre taux de déformation pour l'acier 12Cr [22] et (b) pour trois taux de déformation du Plomb [21] ajustés avec l'équation de Hart

Bien que la méthodologie proposée par Hart ait été décrite dans la littérature pour expliquer la construction de la courbe maîtresse d'un matériau, nous n'avons pas trouvé de travaux relatifs à cette méthodologie qui expliqueraient en détail son application. Toutefois, des travaux existent sur la détermination de courbe maîtresse des matériaux. A partir de cela, nous développons, sous Matlab, une méthode de calcul numérique permettant de déterminer la pente de la droite de translation, μ , et de tracer la courbe maîtresse en se basant sur la théorie de Hart.

La Figure 4-13 présente de manière générale les étapes conduisant à la détermination de la droite de translation et à la construction de la courbe maîtresse pour une série de quatre courbes contrainte - vitesse de déformation plastique présentant une relation d'échelle. L'application de cette méthode consiste à calculer la dérivée en chaque point (à partir de l'équation de Hart) des quatre courbes pour ensuite faire une comparaison point par point entre les dérivées des quatre courbes et déterminer l'écart type. Au terme de cette analyse, quatre points appartenant chacun à une des quatre courbes sont retenus. Ces points, dits équivalents, correspondent aux points dont l'écart type entre les valeurs des dérivées est minimal. La droite de translation passe par ces quatre points et peut donc être construite ce qui conduit à la construction de la courbe maîtresse correspondante.

Courbes Log(Contrainte) – Log (Vitesse de déformation)



Calcul des dérivées à chaque point des différentes courbes

Courbe 1 : $dy_{1i} = \lambda \cdot \omega_2 \cdot e^{-\lambda \cdot x_{1i}}$

Courbe 2 : $dy_{2i} = \lambda \cdot \omega_4 \cdot e^{-\lambda \cdot x_{2i}}$

Courbe 3 : $dy_{3i} = \lambda \cdot \omega_6 \cdot e^{-\lambda \cdot x_{3i}}$

Courbe 4 : $dy_{4i} = \lambda \cdot \omega_8 \cdot e^{-\lambda \cdot x_{4i}}$

$1 \leq i \leq k$ où k est le nombre de points expérimentaux

Comparaison des valeurs des dérivées pentes et calcul des écarts types

Ecart type : $Et_i = (dy_{1i}; dy_{2j}; dy_{3l}; dy_{4s})$

$1 \leq i, j, l, s \leq k$

Points équivalents pour lesquels $Et = Et_{min}$

$(x_{10}, y_{10}); (x_{20}, y_{20}); (x_{30}, y_{30}); (x_{40}, y_{40})$

Points équivalents et droite de translation

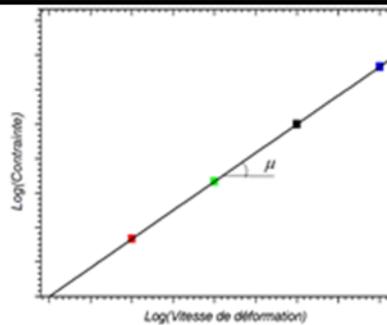
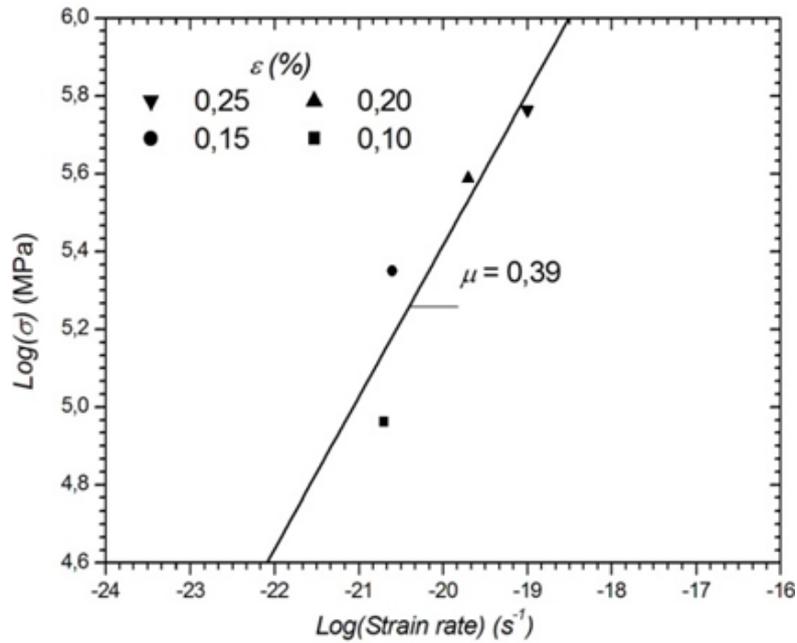


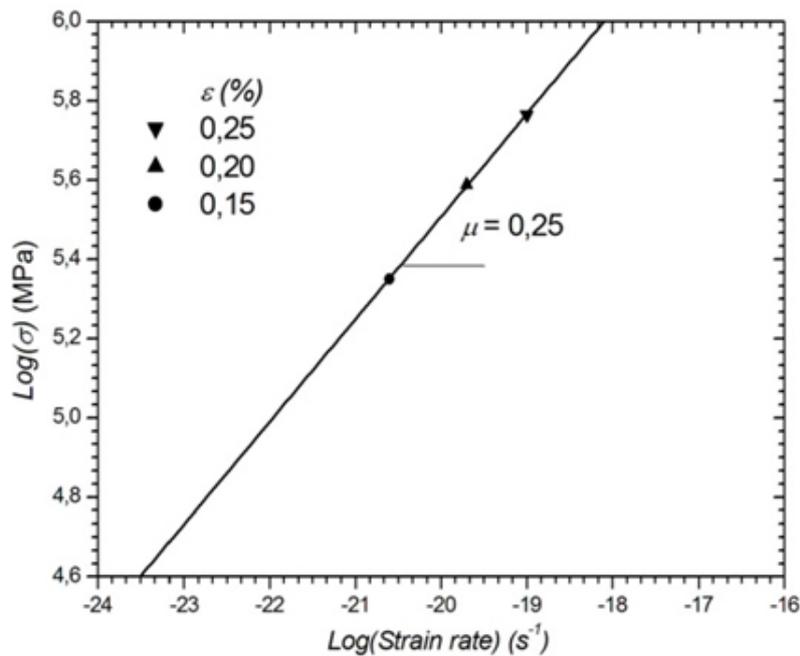
Figure 4-13 Synoptique de détermination de la pente de translation, μ , lorsque l'on considère que la courbe contrainte/vitesse de déformation est décrite par l'équation de Hart.

3.1.1 Application

Nous avons appliqué cette méthode de calcul sur les données issues de la littérature [21], [22] afin de déterminer la pente de la droite de translation et de construire la courbe maîtresse. La **Figure 4-14** représente les points équivalents déterminés à partir des courbes de l'acier 12Cr.



(a)



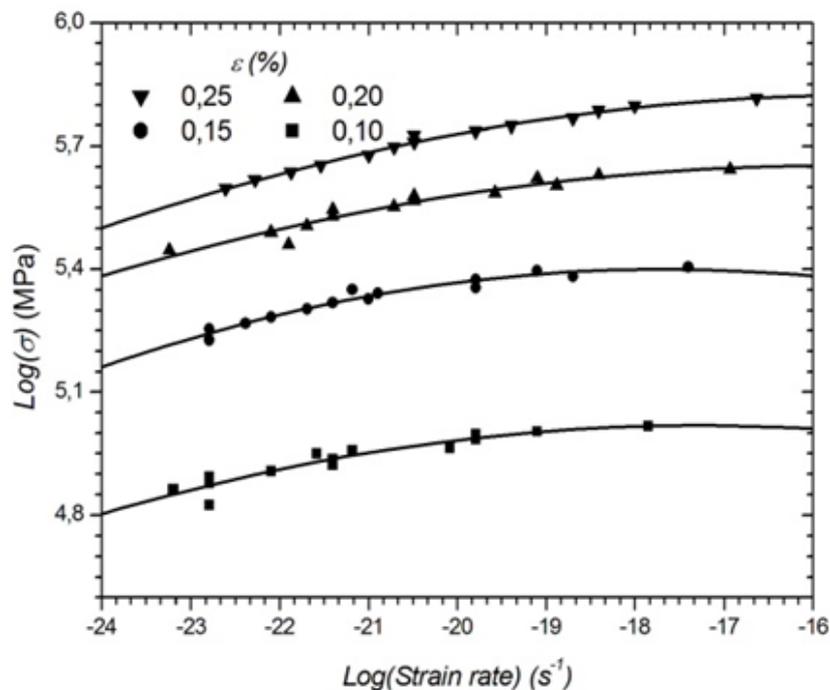
(b)

Figure 4-14 Points équivalents et droites de translation pour l'acier 12Cr.

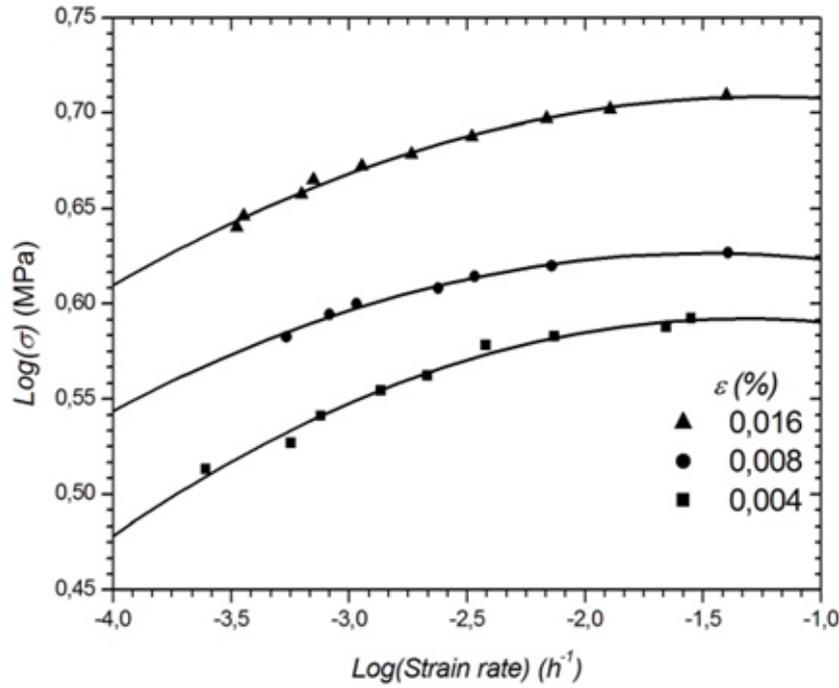
On remarque sur la Figure 4-14.a que les quatre points ne sont pas alignés et que la pente de la droite passant le plus près possible de ces quatre points est 0,39 dont l'inverse vaut $1/\mu = 2,56$. Par ailleurs, nous remarquons que le point correspondant au taux de déformation de 0,10 % est décalé par rapport aux trois autres points qui eux sont alignés. Nous avons retracé la droite de translation en ne prenant en compte que les points alignés (Figure 4-14.b). Dans ce cas, nous obtenons une valeur de μ de 0,25, équivalente à une valeur de $1/\mu = 4$ qui est la même valeur trouvée par C. Kibelolo [22].

3.2 Méthode basée sur une fonction polynômiale

Cette approche s'appuie sur le fait que la détermination de la droite de translation et, par conséquent, de la courbe maîtresse est basée sur la considération selon laquelle les courbes $\text{Log}(\sigma) - \text{Log}(\dot{\epsilon})$ peuvent être représentées par un polynôme de degré 2 (Figure 4-15).



(a)



(b)

Figure 4-15 Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique (a) à quatre taux de déformation pour l'acier 12Cr [22] et (b) à trois taux de déformation du Pb [21] ajustés par un polynôme de degré 2.

Si nous considérons quatre courbes correspondant à quatre niveaux de déformation, et pouvant être décrites par un polynôme de degré 2, les équations décrivant ces courbes sont données par la relation (4.13) suivante :

$$y = a_i \cdot x^2 + b_i \cdot x + c_i, (i = 1, 2, 3, 4) \quad (4.13)$$

Où a_i , b_i et c_i sont les coefficients des polynômes.

Les indices 1, 2, 3 et 4 font référence respectivement aux courbes 1, 2, 3 et 4 classées dans l'ordre croissant du taux de déformation.

En supposant que les courbes présentent une relation d'échelle, les coefficients a_i doivent être les mêmes pour toutes les courbes ($a_1 = a_2 = a_3 = a_4$). En effet, soient deux courbes 1 et 2, d'équation (4.14) et (4.15), présentant une relation d'échelle.

$$y = a_1 \cdot x^2 + b_1 \cdot x + c_1 \quad (4.14)$$

$$y = a_2 \cdot x^2 + b_2 \cdot x + c_2 \quad (4.15)$$

L'équation de la courbe 2 peut être retrouvée en translatant celle de la courbe 1 d'un vecteur (U, V) . Ainsi, l'équation (4.15) est équivalente à l'équation (4.16) suivante :

$$y + V = a_1 \cdot (x + U)^2 + b_1 \cdot (x + U) + c_1 \quad (4.16)$$

$$\Rightarrow y = a_1 \cdot x + (2 \cdot a_1 \cdot U + b_1) \cdot x + U^2 \cdot a_1 + b_1 \cdot U + c_1$$

La relation d'équivalence entre les relations (4.15) et (4.16) permet d'écrire:

$$\begin{cases} a_1 = a_2 \\ b_2 = 2 \cdot a_1 \cdot U + b_1 \\ c_2 = U^2 \cdot a_1 + b_1 \cdot U + c_1 \end{cases}$$

Ceci est vérifié pour toutes les autres équations.

La courbe maîtresse est obtenue en translatant sur la courbe 1 les trois autres courbes. La première courbe ici étant celle correspondant aux faibles contraintes. Dans ce cas, les équations décrivant les trois autres courbes peuvent être retrouvées en translatant les points de la première courbe par les vecteurs (U, V) , $(\lambda_1 \cdot U, \lambda_1 \cdot V)$, $(\lambda_2 \cdot U, \lambda_2 \cdot V)$, où U, V, λ_1 et λ_2 appartiennent à l'ensemble \mathbb{R} . Les nouvelles équations décrivant les courbes peuvent s'écrire comme suit :

$$\text{Courbe 1 : } y = a_1 \cdot x^2 + b_1 \cdot x + c_1 \quad (4.17)$$

$$\text{Courbe 2 : } y + V = a_1 \cdot (x + U)^2 + b_1 \cdot (x + U) + c_1 \quad (4.18)$$

$$\text{Courbe 3 : } y + \lambda_1 \cdot V = a_1 \cdot (x + \lambda_1 \cdot U)^2 + b_1 \cdot (x + \lambda_1 \cdot U) + c_1 \quad (4.19)$$

$$\text{Courbe 4 : } y + \lambda_2 \cdot V = a_1 \cdot (x + \lambda_2 \cdot U)^2 + b_1 \cdot (x + \lambda_2 \cdot U) + c_1 \quad (4.20)$$

La détermination de la pente de la droite de translation, $\mu = \frac{V}{U}$, revient à résoudre le système d'équations constitué par les équations des quatre courbes dont les inconnues sont U, V, λ_1 et λ_2 . Nous avons utilisé la méthode de Newton-Raphson pour déterminer les solutions approximatives en considérant le système de fonctions suivant, défini sur l'ensemble \mathbb{R} :

$$\begin{cases} F_i(U, V) = y_i + V - a_1 \cdot (x_i + U)^2 - b_1 \cdot (x_i + U) - c_1 = 0 \\ G_i(U, V, \lambda_1) = y_i + \lambda_1 \cdot V - a_1 \cdot (x_i + \lambda_1 U)^2 - b_1 \cdot (x_i + \lambda_1 \cdot U) - c_1 = 0 \\ I_i(U, V, \lambda_2) = y_i + \lambda_2 \cdot V - a_1 \cdot (x_i + \lambda_2 \cdot U)^2 - b_1 \cdot (x_i + \lambda_2 \cdot U) - c_1 = 0 \end{cases} \quad (4.21)$$

Où $1 \leq i \in \mathbb{N} \leq k$ et k est le nombre de points expérimentaux.

La **Figure 4-16** résume les étapes de détermination du paramètre μ pour une série de quatre courbes contrainte – vitesse de déformation.

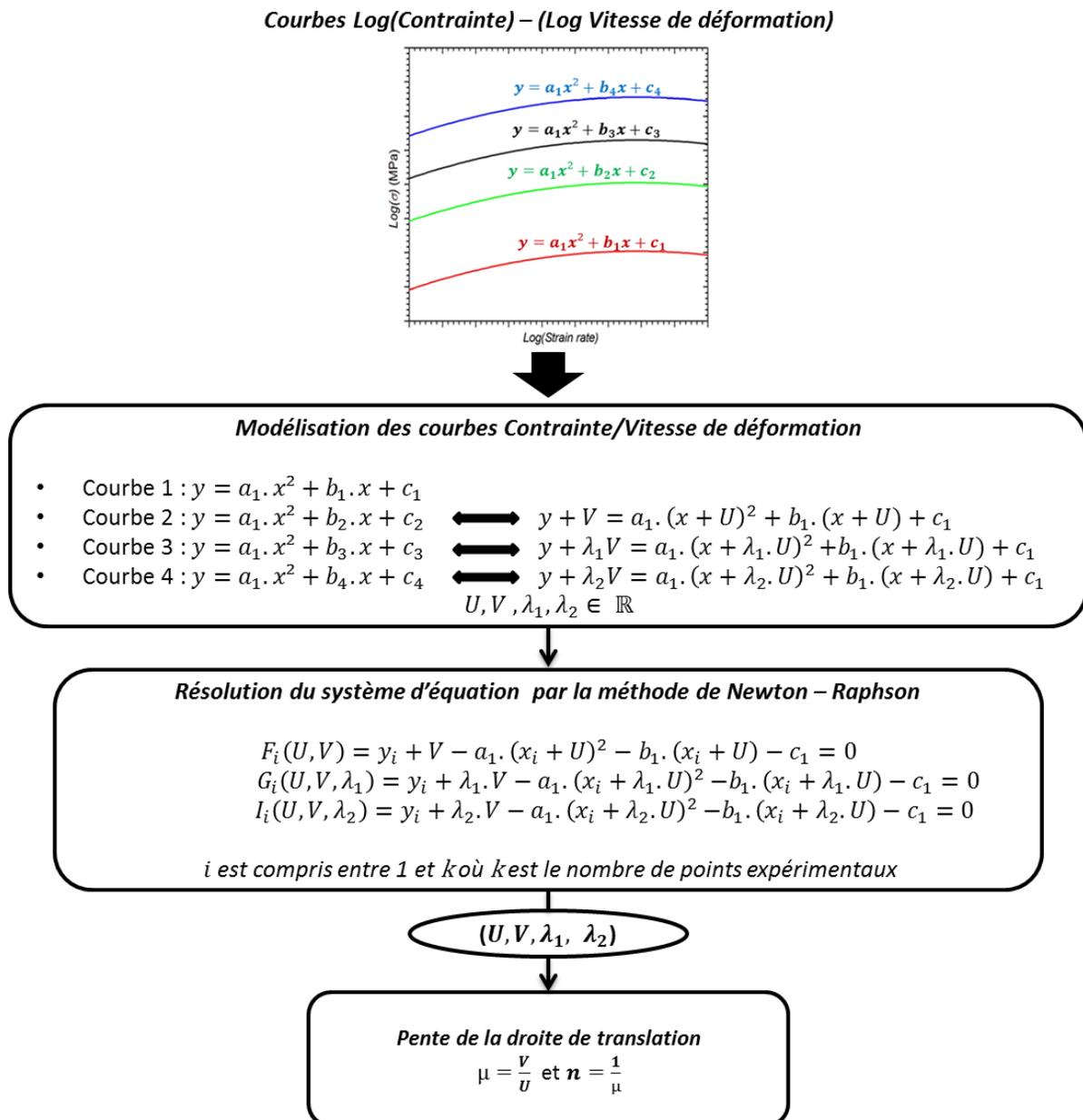
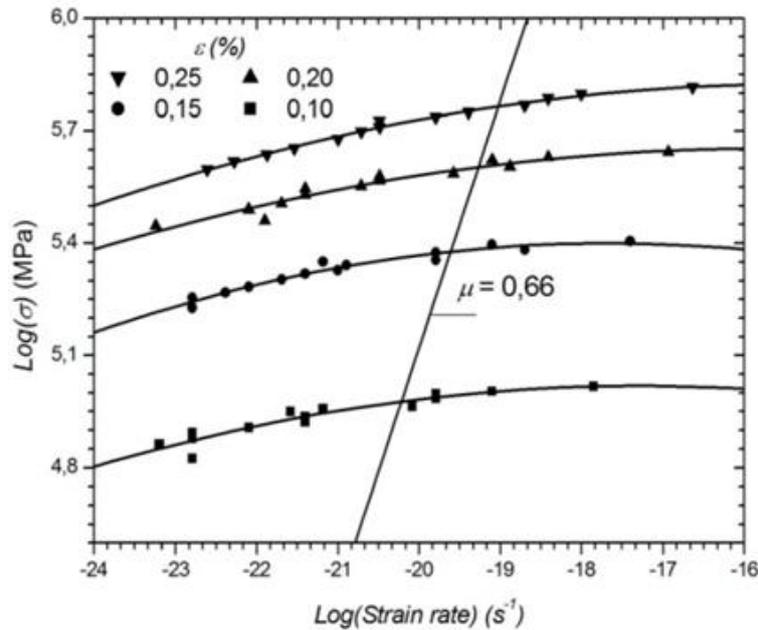


Figure 4-16 Synoptique de détermination de la pente de translation, μ , lorsque l'on considère que la courbe contrainte/vitesse de déformation est décrite par un polynôme de degré 2.

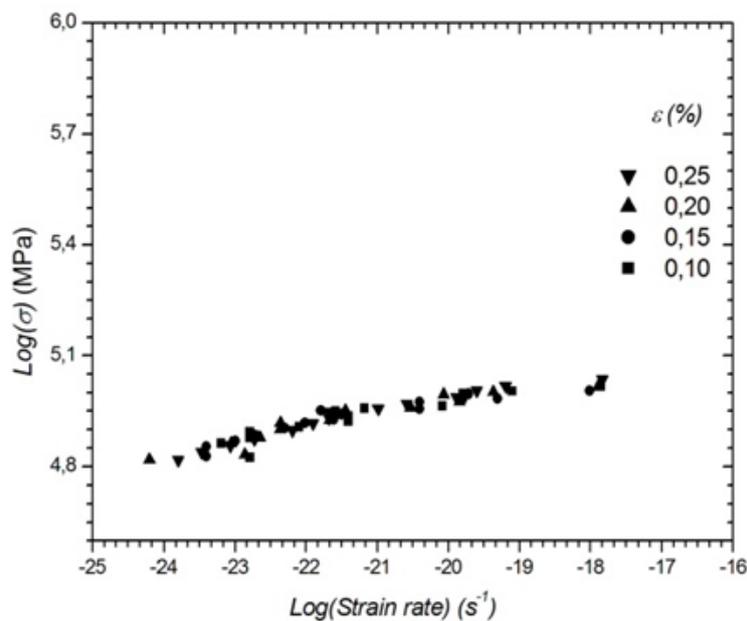
3.2.1 Application

Nous avons appliqué cette méthode sur les courbes obtenues au cours d'un essai de relaxation de la contrainte pour l'acier 12Cr à 773 K afin de construire la courbe maîtresse par

translation suivant une droite (Figure 4-17.a), dont la pente est égale à $\mu = \frac{V}{U}$. Pour cette étude, nous avons trouvé une pente μ de 0,66. La Figure 4-17.b représente la courbe maîtresse ainsi obtenue. Elle est constituée d'un segment de chaque courbe translatée et est comparable à celle obtenue par Kibelolo et al. [22].



(a)



(b)

Figure 4-17 (a) Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique à quatre taux de déformation représentées par un polynôme de degré deux (b) Courbe maîtresse pour l'acier 12Cr.

La même méthodologie a été appliquée aux courbes de la **Figure 4-10.b**. Nous avons construit la droite de translation et la courbe maîtresse du matériau correspondante (**Figure 4-18**). La droite de translation construite ici a une pente négative ($\mu = -0,47$). Ce qui n'a pas de sens physique car cela sous-entend que le coefficient de sensibilité à la contrainte serait négatif.

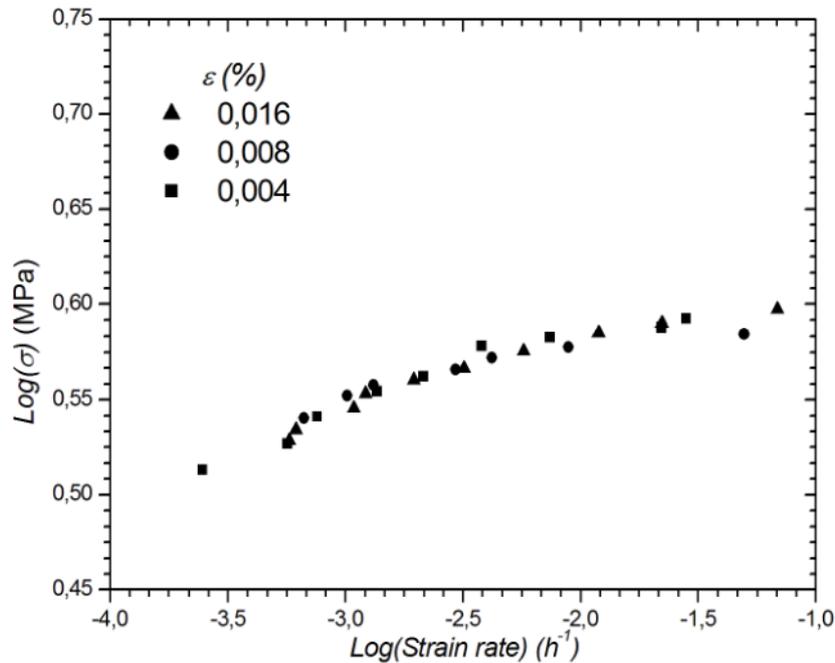


Figure 4-18 Courbe maîtresse pour le Plomb.

Dans le but d'observer l'évolution de la pente de la droite de translation (courbe de la **Figure 4-10.b**) en fonction de la courbe sur laquelle sont translatées les autres courbes, nous avons effectué plusieurs translations de la manière suivante :

- Dans un premier temps, nous avons choisi des combinaisons de deux courbes que nous avons translatées sur la troisième.
- Ensuite, nous avons effectué les translations en excluant à chaque fois une des trois courbes.

Le **Tableau 4-1** contient les valeurs de l'inverse des pentes des droites de translation obtenues pour chaque translation. Nous remarquons que ces valeurs sont toutes négatives à l'exception de deux valeurs (en caractère gras italique) ; celles obtenues en translatant les courbes 3 et 2 sur les courbes 2 et 3 respectivement. Les valeurs de pente négatives sont toutes celles faisant intervenir la courbe 1.

Courbes translâtées						
	3, 2	3, 1	2, 1	3	2	1
	<i>Inverse de la pente 1/μ</i>					
1	-2,1	-	-	-1,3	-9,0	-
2	-	-0,2	-	2,9	-	-13,8
3	-	-	-4,7	-	2,9	-1,7

NB : les chiffres **1**, **2** et **3** font référence aux courbes **1**, **2** et **3** respectivement classées dans l'ordre croissant du taux de déformation.

Tableau 4-1 *Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse du Plomb.*

Par ailleurs, nous remarquons à travers les équations (4.22) à (4.24) décrivant l'allure des courbes que les coefficients a_i , correspondant aux coefficients du monôme de plus haut degré, sont égaux pour les courbes 2 et 3 mais différents de celui de la courbe 1. Ceci peut en partie expliquer les valeurs de pente obtenues pour les translations faisant intervenir la courbe 1 car comme nous l'avons dit précédemment, lorsque l'allure de plusieurs courbes est décrite par un polynôme de degré 2, celles-ci présentent une relation d'échelle uniquement lorsque leurs coefficients a_i sont tous égaux.

$$\text{Courbe 1 : } y = 0,016. x^2 - 0,043. x + 0,56 \quad (4.22)$$

$$\text{Courbe 2 : } y = 0,013. x^2 - 0,039. x + 0,60 \quad (4.23)$$

$$\text{Courbe 3 : } y = 0,013. x^2 - 0,032. x + 0,69 \quad (4.24)$$

Nous avons appliqué cette démarche aux données de l'acier 12Cr. Nous remarquons tout d'abord que les coefficients a_i des équations des courbes 2, 3 et 4 sont très proches comparés à celui de la courbe 1. Cela laisse supposer que la courbe 1 n'est pas transposable aux autres courbes et que, par conséquent, il est judicieux de ne pas la considérer pour établir la droite de translation. Nous allons le vérifier mathématiquement.

$$\text{Courbe 1 : } y = -0,0060. x^2 - 0,21. x + 3,54 \quad (4.25)$$

$$\text{Courbe 2 : } y = -0,0048. x^2 - 0,16. x + 3,60 \quad (4.26)$$

$$\text{Courbe 3 : } y = -0,0039. x^2 - 0,12. x + 4,68 \quad (4.27)$$

$$\text{Courbe 4 : } y = -0,0043. x^2 - 0,13. x + 4,82 \quad (4.28)$$

Le Tableau 4-2 rassemble les résultats des transpositions en considérant toutes les combinaisons possibles. C'est-à-dire que la ligne horizontale notée « courbes translatées » indique les courbes qui ont été translatées et la première colonne indique la courbe vers laquelle elles ont été translatées. C'est pourquoi 3 courbes ne peuvent être translatées que sur une seule, puis 2 courbes sur 2 et enfin une sur les trois autres ce qui explique que seules certaines cases ont été remplies. Les cases remplies donnent donc les valeurs de l'inverse de la pente, soit $1/\mu$.

		Courbes translatées													
		4, 3, 2	4, 3, 1	4, 2, 1	3, 2, 1	4, 3	4, 2	4, 1	3, 2	3, 1	2, 1	4	3	2	1
		Inverse de la pente $1/\mu$													
1	1,5	-	-	-	-	1,6	1,6	-	1,1	-	-	2,1	1,7	0,1	-
2	-	-0,6	-	-	-	1,6	-	1,6	-	0,9	-	3,9	4	-	0,1
3	-	-	1,7	-	-	-	4,1	1,9	-	-	2,0	4,1	-	2,7	1,4
4	-	-	-	2,3	-	-	-	-	3,4	2,2	2,2	-	4,4	2,9	1,9

NB : les chiffres **1, 2, 3** et **4** font référence aux courbes **1, 2, 3** et **4** respectivement classées dans l'ordre croissant du taux de déformation.

Tableau 4-2 Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse de l'acier 12Cr.

On voit dans ce tableau que la valeur de l'inverse de la pente dépend très fortement des courbes considérées pour effectuer la translation car les valeurs obtenues varient de -0,6 à +4,4, la valeur moyenne étant de $2 \pm 1,3$. On a donc une très forte dispersion des résultats. On observe toutefois que, de manière générale, les translations faisant intervenir la courbe 1 conduisent aux valeurs les plus faibles avec une valeur moyenne de $1,4 \pm 0,9$ alors que celles restantes conduisent à une moyenne plus élevée de $3,5 \pm 0,9$. Cette grande disparité amène à nous interroger sur le choix des courbes à traduire, en effet un essai erroné pourrait ainsi conduire à une mauvaise valeur de l'inverse de la pente de la droite de translation. Notons que pour ces matériaux l'exposant de la contrainte qui a été obtenu expérimentalement en relaxation classique est de 4. Ainsi, on pourrait raisonnablement penser que la courbe 1 ne doit pas être considérée pour établir la translation. Finalement, le coefficient a_i peut être un bon indicateur pour sélectionner les courbes. En effet, celui de la courbe 1 est très différent de ceux des autres courbes qui ont des valeurs similaires. Ceci nous amène toutefois à réfléchir sur les méthodes de translation.

3.3 Discussion sur les méthodes de translation

Les études des matériaux sur lesquels nous avons appliqué les deux méthodes présentées plus haut ont été réalisées par Kibelolo et al. [22] pour l'acier et par Lucas et Pendleton [21] pour le plomb. Ces auteurs ont déterminé les droites suivant lesquelles les courbes de relaxation ont été translatées. Ils ont obtenu une pente de 0,25 pour l'acier et de 0,22 pour le plomb qu'ils ont comparé, en prenant l'inverse (4 et 4,5 respectivement), aux valeurs des coefficients de sensibilité à la contrainte obtenus par l'essai de fluage de ces mêmes matériaux.

Avec la première méthode basée sur la théorie de Hart, nous avons trouvé dans un premier temps une valeur de 2,5 correspondant à l'inverse de la pente de la droite de translation des courbes contrainte – vitesse de déformation de l'acier 12Cr. Sur la Figure 4-14.a, nous avons remarqué que les points équivalents permettant de déterminer cette valeur ne sont pas tous alignés. Un point est décalé par rapport aux trois autres, ce qui d'après la théorie n'a pas de sens physique. Ce décalage peut donc être probablement attribué soit à un problème matériau local, soit à une erreur expérimentale durant l'essai à ce taux de déformation. En éliminant ce point de l'analyse, nous obtenons une nouvelle droite de translation dont l'inverse de la pente correspondant, $1/\mu = 4$, est équivalent à la valeur trouvée par Kibelolo [22].

Avec la seconde méthode basée sur la forme polynomiale des courbes contrainte – vitesse de déformation, nous avons aussi déterminé la pente de la droite pour l'acier 12Cr. En prenant en compte les quatre courbes, cette droite a une pente proche de 2 qui est une valeur différente de celle trouvée avec la méthode précédente et de celle trouvée par Kibelolo [22]. Par contre, en éliminant la même courbe que précédemment, c'est-à-dire la courbe 1 pour les raisons évoquées plus haut, nous trouvons une valeur de $1/\mu \approx 3,5 \pm 0,9$ proche de la valeur obtenue par Kibelolo [22]. Cependant, pour le plomb, l'application de la méthode permet d'obtenir une valeur de 2,9 qui est différente de la valeur obtenue par Lucas et Pendleton [21].

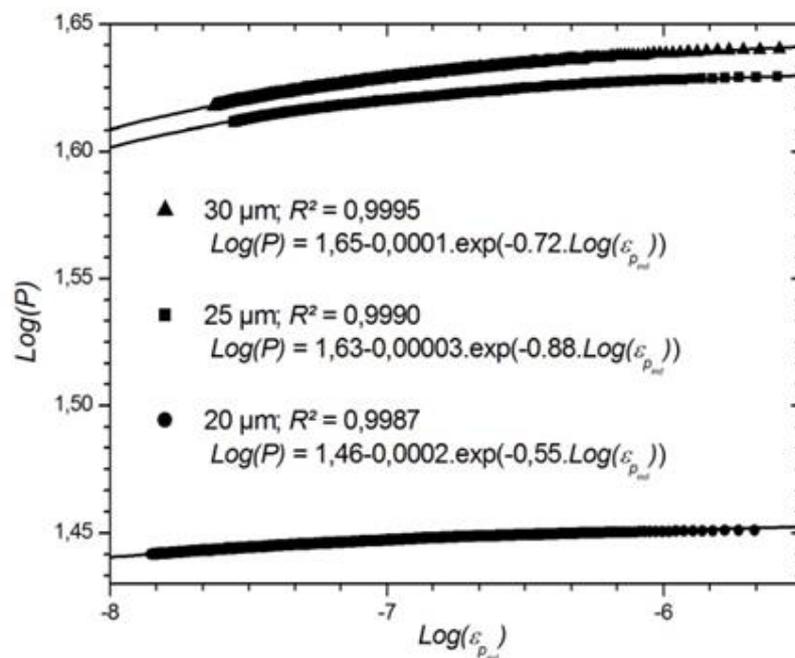
Nous constatons que les deux méthodes permettent de trouver des valeurs de $1/\mu$ sensiblement égales et comparables à celles trouvées dans la littérature. Les valeurs trouvées par la deuxième méthode (polynômiale) sont à chaque fois légèrement inférieures à celles que nous donne la méthode de Hart. Toutefois, pour que ces méthodes puissent être appliquées valablement, il doit exister une relation d'équivalence entre toutes les courbes. Cette relation est nécessaire tant pour l'application avec la théorie de Hart que pour la méthode polynomiale qui impose que tous les coefficients a_i doivent être égaux. L'absence de cette relation

d'équivalence ne peut résulter que d'une erreur expérimentale ou d'un changement de conditions (température) pendant l'essai qui modifierait le mode de déformation durant l'essai.

Finalement, nous préconisons d'utiliser la méthode basée sur la théorie de Hart comparée à la méthode polynomiale car d'une part, les paramètres d'ajustement de l'équation de Hart ont une signification physique et d'autre part, cette méthode semble donner de meilleurs résultats.

3.4 Application sur les données de relaxation par indentation obtenues pour les aciers T91 et T22

Comme nous l'avons souligné précédemment, nous n'utilisons que la méthode de Hart pour caractériser le comportement des aciers T91 et T22 en relaxation par indentation. La Figure 4.34 représente les courbes donnant, pour trois profondeurs de maintien (20 μm , 25 μm et 30 μm), la variation à l'échelle bilogarithmique de la charge d'indentation en fonction de la vitesse de déformation plastique pour l'acier T91 (Figure 4-19.a) et T22 (Figure 4-19.b).



(a)

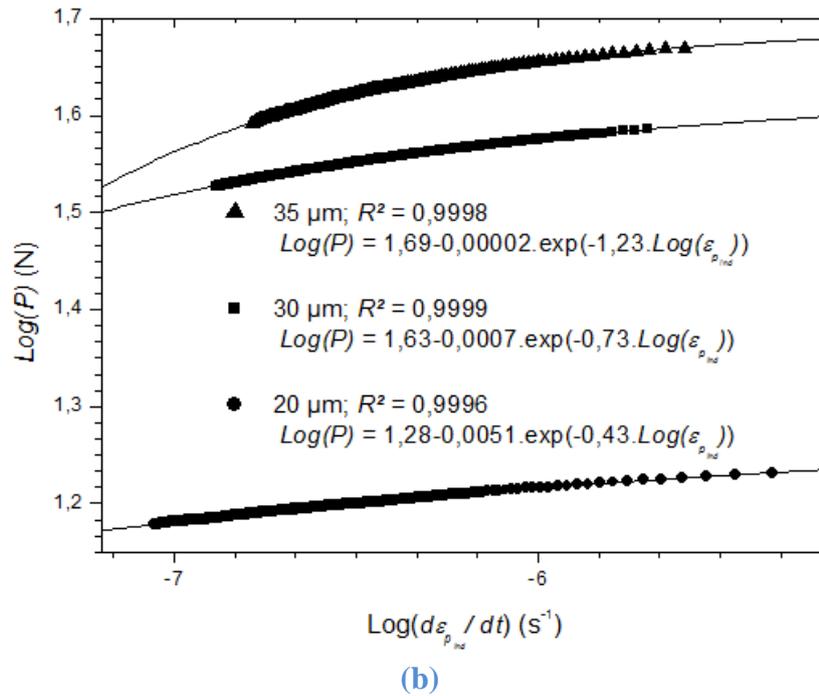


Figure 4-19 Variations à l'échelle logarithmique de la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique de l'acier T91 (a) et de l'acier T22 (b) à trois profondeurs de maintien, représentées par l'équation de Hart modifiée.

Comme nous pouvons le remarquer sur les Figure 4-19.a et b, les courbes de relaxation pour les deux aciers testés sont bien représentées par l'équation de Hart modifiée (relation (4.10)). A partir du modèle de Hart, nous avons translaté les courbes de relaxation en utilisant toutes les combinaisons possibles. Le Tableau 4-3 rassemble toutes les valeurs de l'inverse des pentes des droites de translation pour les deux matériaux.

	Acier T91							Acier T22					
	Courbes translatées avec l'équation de Hart modifiée												
	3, 2	3, 1	2, 1	3	2	1		3, 2	3, 1	2, 1	3	2	1
	Inverse de la pente 1/μ												
1	6,74	-	-	6,87	4,29	-		1,65	-	-	4,46	1,37	-
2	-	6,74	-	34,96	-	4,29		-	1,65	-	4,07	-	1,37
3	-	-	6,74	-	34,96	6,87		-	-	1,65	-	4,07	4,46
	Courbes translatées avec le polynôme de degré 2												
	3, 2	3, 1	2, 1	3	2	1		3, 2	3, 1	2, 1	3	2	1
	Inverse de la pente 1/μ												
1	8,42	-	-	9,35	7,39	-		3,85	-	-	4,47	2,73	-
2	-	3,22	-	18,43	-	3,18		-	1,20	-	4,77	-	1,00
3	-	-	3,86	-	17,45	3,81		-	-	0,89	-	2,47	0,82

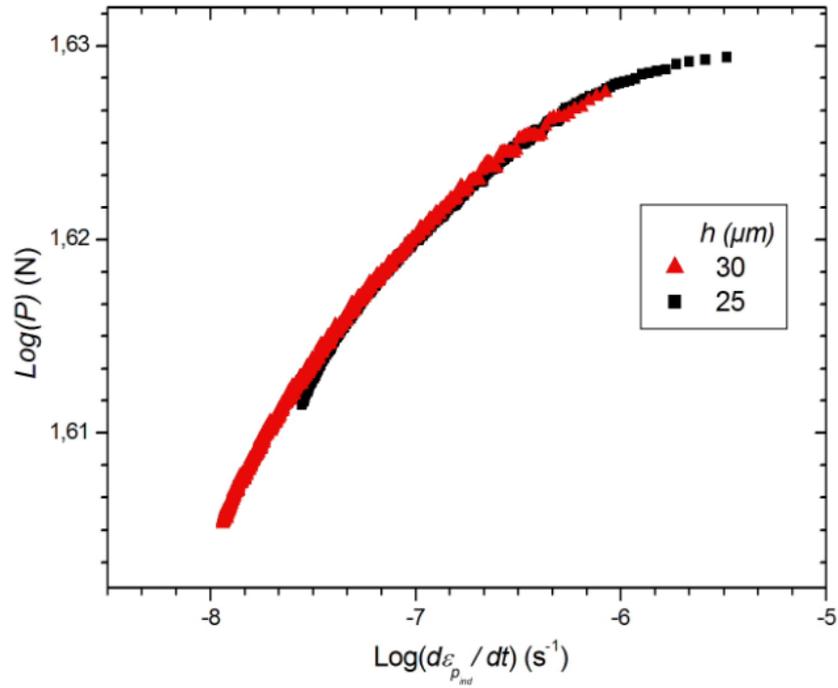
Tableau 4-3 Inverse des pentes des droites correspondant aux différentes translations possibles conduisant à la construction de la courbe maîtresse des aciers T91 et T22.

A ce stade de l'étude l'analyse de ces données reste très difficile et très incertaine. En effet, la comparaison des coefficients du polynôme représentatif de chaque courbe laisserait supposer que la courbe 1 de l'acier T91 n'est pas exploitable du fait des écarts observés du coefficient a_i . Ainsi, seules les deux valeurs à 35 pour le modèle de Hart et à 18 pour le polynôme de degré 2, ce qui fait peu, permettraient de dire que l'inverse de la pente de la droite de translation vaut entre 18 et 35 qui seraient alors à comparer à la valeur de 48 que nous avons obtenu à partir de l'essai de fluage par indentation de l'acier T91. Pour mémoire, cette dernière valeur a été obtenue par extrapolation des données sur les coefficients mesurés à différentes températures à partir d'essais de fluage classiques. Pour rappel, ces données sont présentées dans le Tableau 4-4.

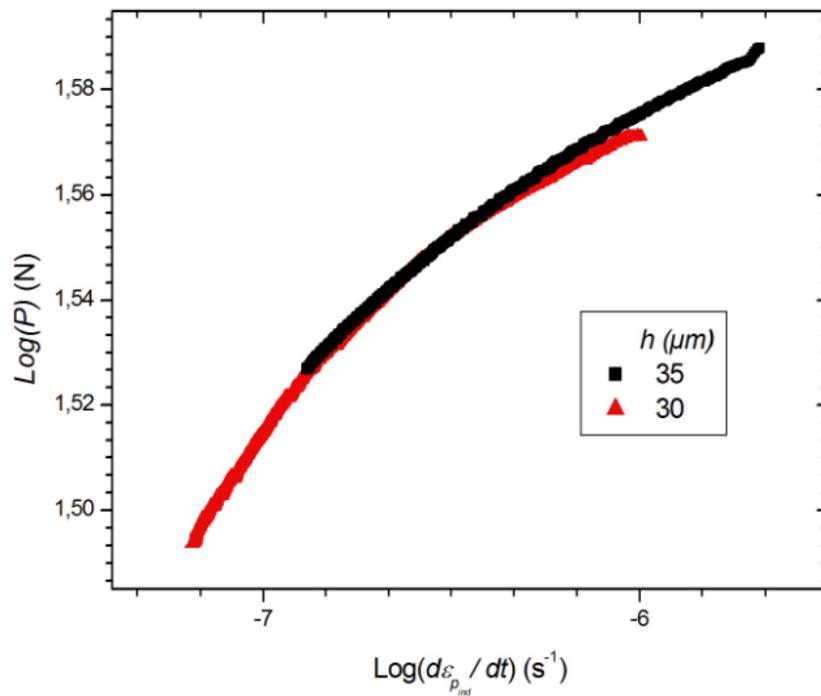
Aciers	T91			T22		
T (°C)	n [137]	n [54]	n [143]	n [134]	n [135]	n [136]
500	-	18,6	-	-	-	-
550	16	-	-	-	10,3	12,1
600	12	11,9	15,1	4,9	-	-
650	-	-	12,3	-	-	-
700	-	-	5,8	-	-	-

Tableau 4-4 *Exposant de la contrainte en fonction de la température pour les aciers T91 et T22 obtenus par fluage classique.*

Une autre lecture du tableau peut en être faite même si on constate globalement une diminution de l'exposant à la contrainte en fonction de la température. En théorie, cet exposant devrait être constant comme le soulignent plusieurs auteurs [144], [145]. Dans ce cas-là et donc à partir des essais classiques de fluage en considérant les valeurs données dans le tableau, on obtient un exposant de contrainte moyen de $13,1 \pm 4,1$ pour l'acier T91 et de $9,1 \pm 3,7$ pour l'acier T22. Notez que ces valeurs sont finalement beaucoup plus proches des valeurs obtenues en relaxation par indentation, soit, pour l'acier T91, 12,5 avec le modèle de Hart ou 8,3 avec l'approche polynomiale et soit, pour l'acier T22, 2,89 avec Hart et 2,47 avec le polynôme en considérant l'ensemble des données. A partir des données obtenues en relaxation par indentation, il est possible de construire la courbe maîtresse. La Figure 4-20.a montre un exemple de courbe maîtresse obtenue en translatant la courbe 3 sur la courbe 2.



(a)



(b)

Figure 4-20 Courbes maitresses de (a) l'acier T91 et (b) de l'acier T22 obtenues par relaxation par indentation.

Toutefois, on voit ici l'importance des conditions d'essais et du nombre d'essais. Il est clair que pour valider la méthodologie proposée, il est nécessaire de choisir plusieurs profondeurs d'indentation (probablement plus de 3) et de répéter la courbe de manière à obtenir des courbes représentatives du comportement en relaxation par indentation des matériaux étudiés aux différentes profondeurs.

Enfin, notons que le classement des valeurs moyennes de $1/\mu$ entre les aciers T91 et T22 est le même en relaxation par indentation qu'en fluage classique ce qui est un de nos objectifs.

4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié l'essai de relaxation par indentation de manière générale en axant principalement notre étude sur les différentes formes de représentations des données de l'essai de relaxation par indentation et l'influence de la profondeur de maintien. Il en ressort que la sensibilité au fluage d'un matériau augmente avec la profondeur de maintien pendant l'essai de relaxation. La comparaison des courbes de relaxation par indentation des aciers T91 et T22 nous montre que le T91 est moins sensible à la relaxation que le T22. Ce classement est le même qu'au chapitre précédent pour l'essai de fluage par indentation.

En adaptant l'équation de Hart au cas de la relaxation par indentation nous avons pu montrer que les données de relaxation peuvent aussi être représentées par la variation de la charge en fonction du temps de maintien.

Nous avons développé deux méthodes, sous Matlab, basées sur la théorie de Hart permettant de translater les courbes donnant la contrainte ou la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique et de construire la courbe maîtresse d'un matériau. Ces méthodes ont été appliquées sur les données de relaxation obtenues par C. Kibelolo [22] et Lucas et Pendleton [21] respectivement sur l'acier 12%*m* de Cr à 773 K et sur du Plomb à température ambiante. Nous avons trouvé la valeur, par les deux méthodes, de $1/\mu$ sensiblement égale à celle trouvée par C. Kibelolo pour l'acier 12Cr. En ce qui concerne la valeur trouvée pour le plomb, elle est faible comparée à celle obtenue par Lucas et Pendleton [21]. Nous avons remarqué en appliquant ces deux méthodes qu'il peut y avoir des cas où, de manière théorique, il n'existe pas de relation d'échelle entre les courbes donnant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique à différents taux de déformation. Ceci pouvant

résulter d'une erreur expérimentale ou d'un changement de conditions (température) pendant l'essai.

Ces méthodes ont été développées dans l'optique d'extrapoler le comportement au fluage d'un matériau à partir des essais de relaxation. La comparaison de l'inverse des pentes des droites de translation obtenues lors de la construction des courbes maîtresses des aciers T91 et T22 nous permet de remarquer que les valeurs obtenues par ce mode de sollicitation sont proches de celles obtenues par fluage sur les aciers T91 et T22. Pour cela, l'exposant à la contrainte en fluage doit être considéré constant et donc indépendant de la température comme l'ont confirmé plusieurs auteurs [144], [145]. Le fait que par le fluage par indentation à température ambiante on trouve des valeurs beaucoup plus élevées doit probablement être lié à des mécanismes de déformation différents en fonction de la température. La relaxation par indentation semble donc être un outil pour apprécier le comportement au fluage des aciers au chrome. Des études en température doivent être menées pour valider notre approche. C'est l'objet du prochain chapitre.

CHAPITRE 5 :

ESSAIS EN TEMPERATURE

CHAPITRE 5 : ESSAIS EN TEMPERATURE	149
1 Introduction.....	151
2 Calibration de la température à la surface de l'échantillon	151
3 Difficultés liées à la température	152
3.1 Système de chauffage.....	152
3.2 Influence de la charge	156
4 Influence de la température sur les données de fluage par indentation	160
5 Résultats de fluage par indentation en température	163
5.1 Coefficient de sensibilité à la contrainte	164
5.2 Energie d'activation	166
6 Comparaison des matériaux suivant leur sensibilité au fluage par indentation	167
7 Conclusion	172

1 Introduction

Ce chapitre est consacré aux essais en température. Toutefois, comme le microindenteur utilisé pour les essais en température ne permet pas, lui, d'effectuer d'essais de relaxation et étant donné que le macroindenteur ne permet pas lui de réaliser des essais en température, seuls les essais de fluage par indentation ont été effectués en température. Nous avons effectué ces essais dans le but de valider en température la méthodologie proposée, à température ambiante, au chapitre 2.

Nous présentons dans un premier temps les difficultés rencontrées lors des essais en température. En effet, la mesure des propriétés à chaud a été initialement développée pour la mesure de la dureté et du module d'élasticité avec des essais dont la durée totale excède à peine une minute. Il est clair que pour des essais de fluage de plusieurs minutes (autour de 15 min) l'influence de la dérive thermique prend une toute autre importance que l'on ne peut négliger. C'est pourquoi le résultat des essais est très sensible aux conditions dans lesquelles ils ont été réalisés. Nous avons bien conscience de ce phénomène et que nos résultats doivent être pris avec toute la précaution qu'il se doit.

Toutefois, après avoir fait au mieux pour limiter la dérive thermique, nous présentons des résultats sur le coefficient de sensibilité à la contrainte, l'énergie d'activation et la vitesse de déformation plastique par indentation. Sur la base de ces résultats, nous proposons un classement des aciers T91, X20 et T22 selon leur sensibilité au fluage mais il est clair que des travaux supplémentaires devront être menés pour confirmer nos premières observations.

2 Calibration de la température à la surface de l'échantillon

La calibration de la température au contact indenteur/matériau consiste à vérifier que la température indiquée sur le contrôleur de température est bien la même que celle de la surface de l'échantillon fixé sur le module chauffant. Cette étape est nécessaire compte tenu de notre système de chauffage qui n'est pas dans un environnement fermé. Nous avons donc fait varier la température du contrôleur et, à l'aide d'une caméra thermique, nous avons mesuré la température à la surface de l'échantillon. Le Tableau 5-1 représente les températures relevées en fonction de celles indiquées sur le contrôleur, puis la différence entre ces dernières.

T1 (°C) contrôleur	25	50	75	100	125	150	175	200	225	250	275		
T2 (°C) surface	18	40	60	83	112	142	164	191	212	246	265	Moyenne	Ecart- Type
T1-T2(°C)	7	10	15	17	13	8	11	9	13	4	10	10,6	3,7

Tableau 5-1 *Température à la surface de l'échantillon en fonction de celle indiquée sur le contrôleur.*

Au regard de ces valeurs, on constate que la différence entre la température indiquée sur le contrôleur et la température réelle à la surface de l'échantillon est toujours positive et en moyenne de $10,6 \pm 3,7$. C'est pourquoi les essais effectués à 100 °C, 200 °C et 300 °C, ont été réalisés en affichant respectivement sur le contrôleur 110, 210 et 310 °C.

3 Difficultés liées à la température

3.1 Système de chauffage

Nous avons été confrontés à plusieurs problèmes liés à la température durant les essais. De manière générale, pour effectuer les essais d'indentation en température, la pointe doit être à la même température que l'échantillon, ceci pour éviter le refroidissement de l'échantillon qui serait dû à la différence de température entre les deux composants échantillon – pointe [146]. De manière générale, on utilise un système de chauffage local comme dans le cas de l'appareil développé par la société Michalex qui possède deux fours résistifs permettant de chauffer chacun des deux composants. Dans notre cas, il n'existe pas de système de chauffage de la pointe. Nous effectuons le chauffage par contact en suivant la méthode proposée par Schuh et *al.* [23]. Cette méthode consiste à mettre en contact l'indenteur sur l'échantillon à une très faible charge, et de maintenir cette force constante durant un temps donné. L'essai peut alors se poursuivre après cette phase de préchauffage. Nous avons effectué les premiers essais de fluage à 200 °C avec un temps de maintien de 1000 secondes à 10 N. L'essai a été répété 10 fois, l'un à la suite de l'autre pour éviter le refroidissement de la pointe. La Figure 5-1 représente les courbes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues dans les mêmes conditions d'essais.

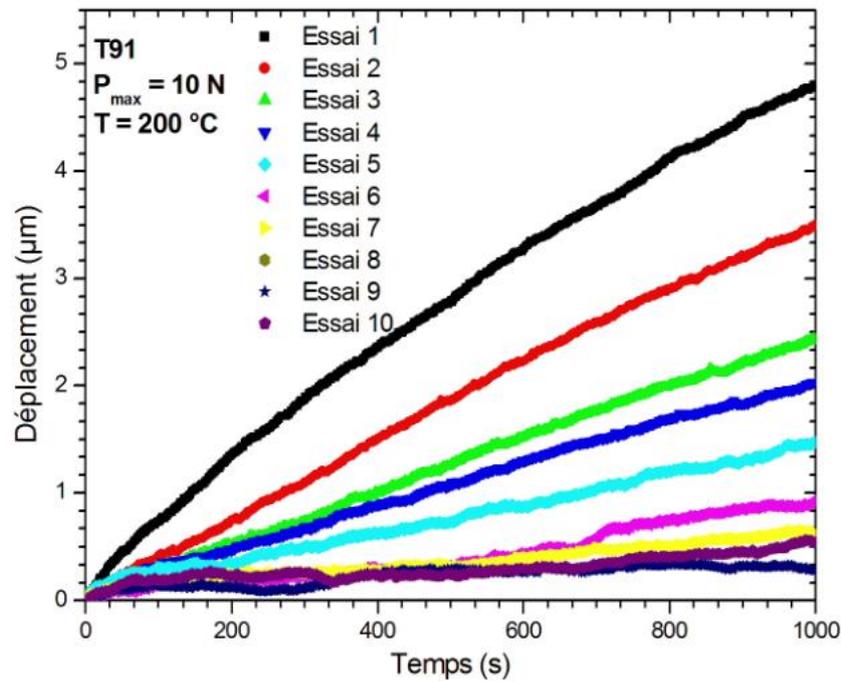
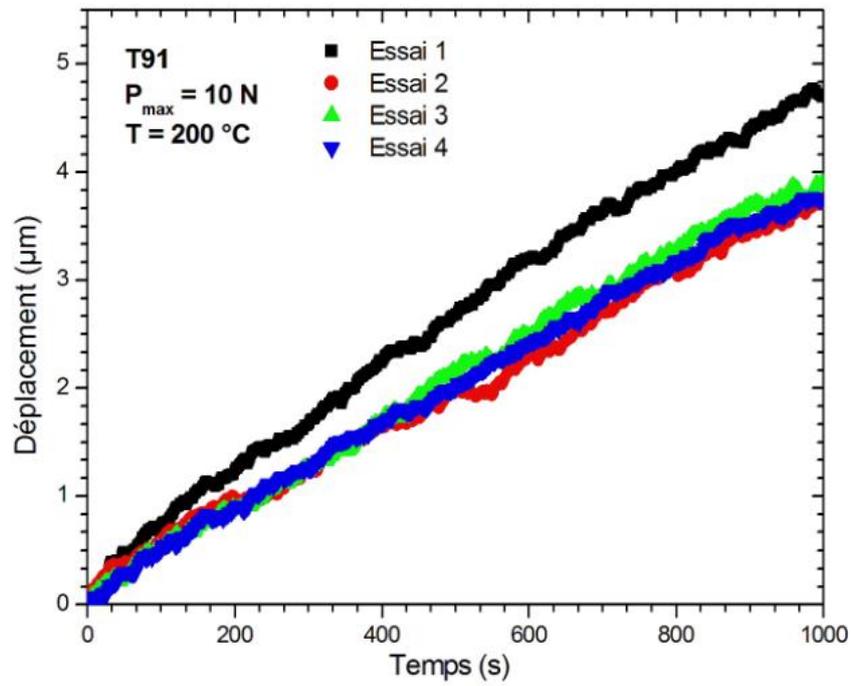
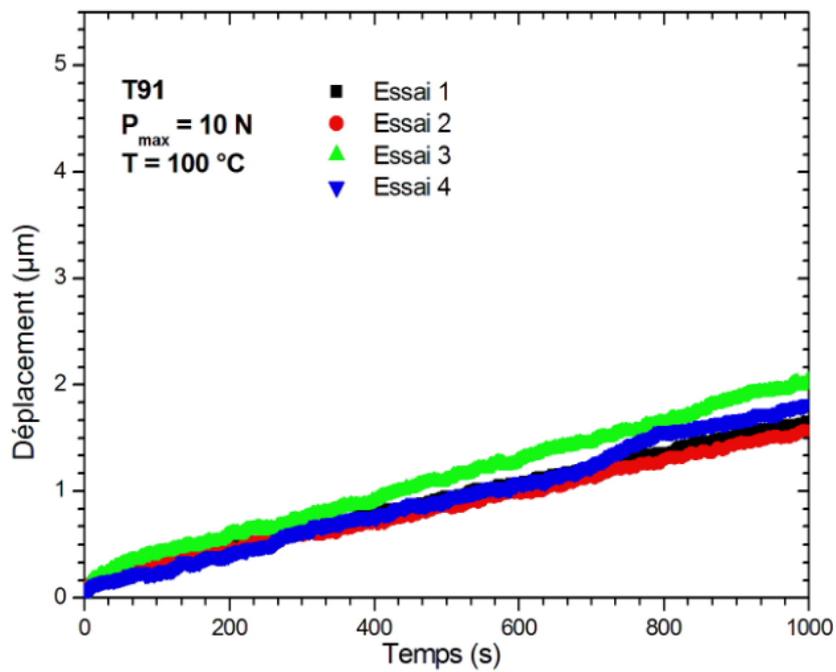


Figure 5-1 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à 200 °C.

Nous constatons sur ce graphique (Figure 5-1) que la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant le fluage augmente avec le temps comme on pouvait s'y attendre. Par contre, l'ampleur de la variation diminue progressivement au fur et à mesure des essais. Après un certain nombre d'essais, la courbe tend à se stabiliser à des profondeurs de pénétration inférieures à 1 µm pendant le fluage. Nous avons attribué cette dispersion soit à la dilatation de la colonne, soit encore à la dérive thermique du système électronique resté trop longtemps exposé à la chaleur que dégage le dispositif chauffant, ceci malgré les dispositions (utilisation d'une pointe et d'une référence adaptées pour des essais à chaud) prises pour limiter le transfert de chaleur. En effet, comme nous le disions plus haut, notre système de chauffage a été conçu pour réaliser des essais d'indentation classiques qui durent environ une minute comparée à plus de 15 minutes pour les essais de fluage par indentation réalisés dans notre étude. C'est pourquoi dans notre cas, le système électronique reste plus longtemps exposé à la chaleur et peut donc dériver de manière très significative selon le nombre d'essais. A partir de ce constat, nous avons décidé de respecter un temps de pause entre chaque essai afin que la colonne et le système électronique se refroidissent. Les essais effectués dans ces conditions sont présentés sur la Figure 5-2.



(a)

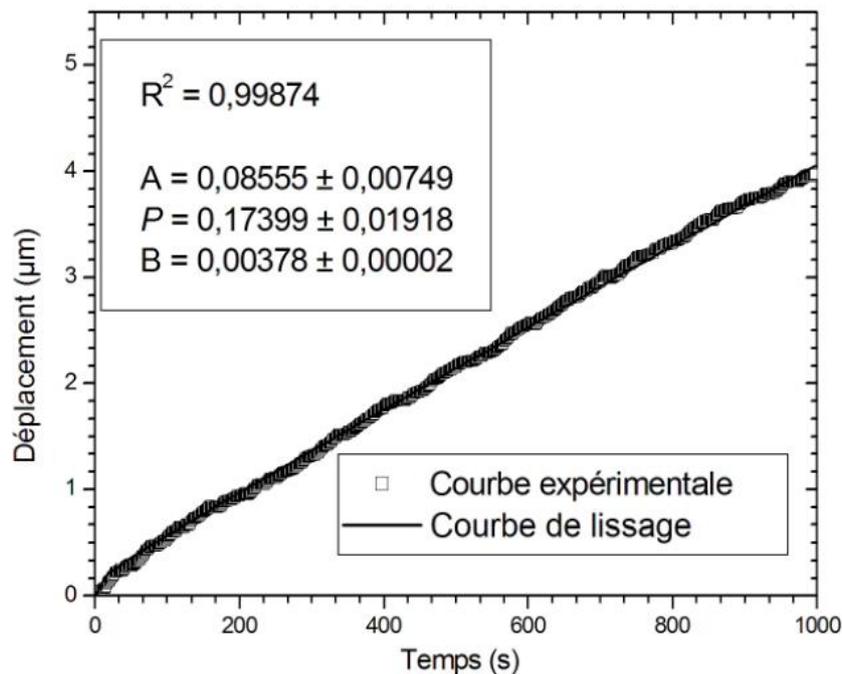


(b)

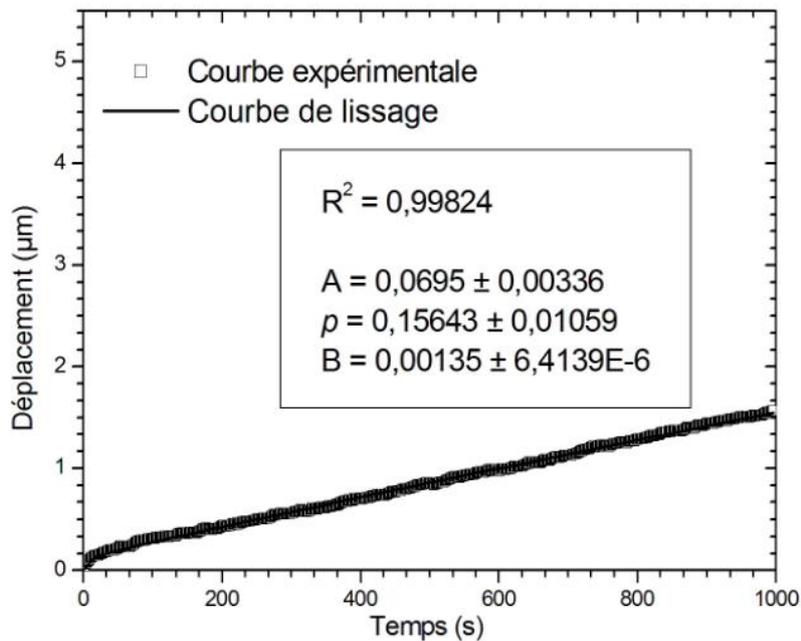
Figure 5-2 Courbes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 200 °C et (b) 100 °C.

Nous remarquons sur ces graphiques (Figure 5-2) qu'il y a moins de dispersion entre les courbes lorsqu'on laisse le système se refroidir entre chaque essai. Le temps d'attente, choisi arbitrairement entre 15 min et 30 min, dépend de la température à laquelle l'essai a été effectué. Plus la température est élevée, plus le temps d'attente sera long. Par ailleurs, pour réduire en partie le problème de différence de températures entre la pointe et l'échantillon, nous effectuons, avant chaque essai, le préchauffage de la pointe en laissant pendant quelques secondes celle-ci en contact avec le matériau sous une charge très faible (de 0,01 N) de manière à réduire la différence de températures entre les deux composants.

Dans la suite de ce chapitre, comme dans les chapitres précédents, nous allons travailler avec la moyenne des courbes obtenues dans les mêmes conditions d'essais. La Figure 5-3 représente les courbes moyennes de fluage par indentation de l'aciers T91 sous une charge de 10 N avec une vitesse de chargement de 30 N/min, un temps de maintien de 1000 secondes à la charge maximale et les températures de 200 °C (Figure 5-3.a) et de 100 °C (Figure 5-3.b).



(a)



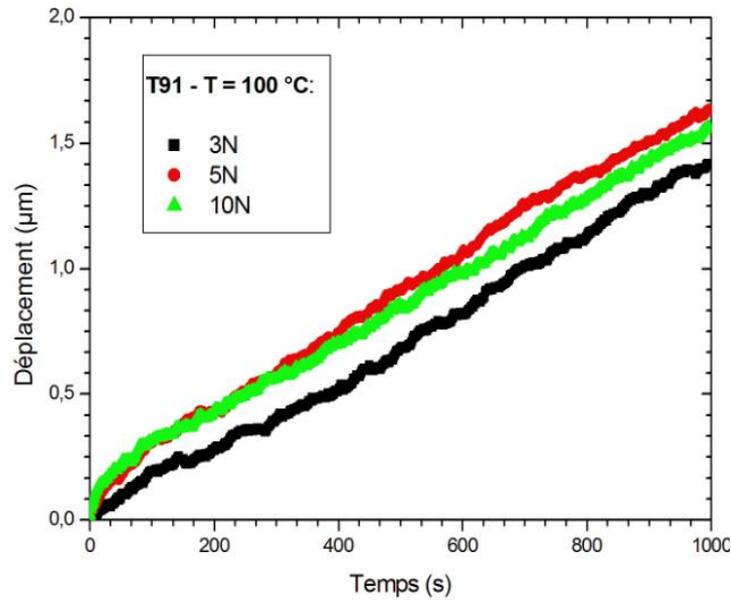
(b)

Figure 5-3 Courbes moyennes de fluage par indentation de l'acier T91 obtenues sous une charge de 10 N, un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 200 °C et (b) 100 °C et application du modèle de Choi [8] pour représenter la courbe.

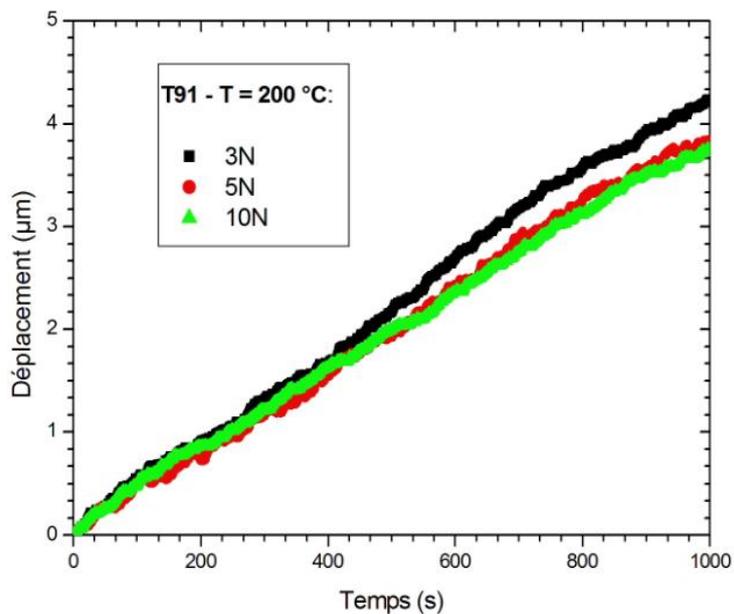
Ces deux courbes moyennes présentent bien les deux stades de fluage (primaire et secondaire) observés en indentation. Il est à noter que le fluage secondaire est à chaque fois prépondérant sur le fluage primaire. Le modèle de Choi et *al.* [8] a été appliqué aux courbes car, comme nous l'avons montré au chapitre 3, il est le mieux adapté pour décrire le comportement au fluage par indentation. On remarque qu'il ajuste bien les courbes de fluage avec des coefficients de corrélation supérieurs à 0,99. Ce modèle sera utilisé, comme dans le cas des essais à température ambiante, pour simplifier le calcul de la vitesse de déformation plastique des matériaux au cours du fluage.

3.2 Influence de la charge

Pour étudier l'influence de la charge sur le comportement au fluage, nous avons effectué des essais de fluage par indentation sur les aciers T91, X20 et T22 sous trois charges, 3, 5 et 10 N, avec un temps de maintien de 1000 secondes et à deux températures : 100 et 200 °C. La Figure 5-4 représente les courbes obtenues pour l'acier T91.



(a)



(b)

Figure 5-4 Courbes moyennes de fluage par indentation obtenues à différentes charges de maintien à (a) 100 °C et (b) 200 °C.

Nous remarquons, pour les deux températures, qu'il n'existe pas une grande influence de la charge sur le comportement au fluage. En effet, le déplacement de l'indenteur pendant le maintien aux trois niveaux de chargement est pratiquement le même. Le même constat a été

observé sur les deux autres matériaux, ce qui est contraire à ce que nous avons observé à température ambiante où la profondeur de pénétration de l'indenteur augmente avec la charge d'indentation. Ce constat nous amène à nous questionner sur ce qui est réellement mesuré lors du maintien à la charge maximale. Toutefois, au regard des deux graphiques de la Figure 5-4, on remarque que le déplacement de l'indenteur pendant le maintien augmente avec la température ; ce qui est logique. Compte tenu du constat fait sur la Figure 5-1 concernant la décroissance de la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant le maintien au fur et à mesure des essais, on se pose la question de savoir si les courbes moyennes obtenues (Figure 5-3) représentent réellement le comportement au fluage des matériaux. Les données mesurées pendant le maintien seraient constituées des données représentant le comportement réel au fluage des matériaux auxquelles seraient ajoutées des données parasites liées à la température et à notre dispositif expérimental qui est apparemment peu adapté aux essais de longue durée en température.

Nous avons essayé d'évaluer cette dérive thermique afin de la soustraire aux courbes. L'idée est d'effectuer des essais de fluage par indentation, à température ambiante et en température, sur un matériau qui ne flue presque pas, possédant une température de fusion très élevée et pour lequel une température d'environ 300 °C n'affecterait en rien la microstructure du matériau. Dans ce cas, on ne devrait pas observer de pénétration pendant le maintien à la température ambiante et la déviation observée après un essai à 300 °C serait exclusivement due à la dérive thermique. Nous avons effectué les essais sur une céramique à 20 et à 300 °C avec un maintien de 1000 secondes sous une charge de 1 N. Nous avons choisi 1 N pour limiter le phénomène de fluage à température ambiante. La Figure 5-5 montre les résultats obtenus après ces essais. Nous constatons qu'à température ambiante, le phénomène de fluage, même réduit, est déjà présent. Notons aussi que sur la Figure 5-5.b les variations sont du même ordre de grandeur que celles observées sur la Figure 5-1. Dans ces conditions et en l'état actuel de nos investigations, on ne peut raisonnablement évaluer la dérive thermique.

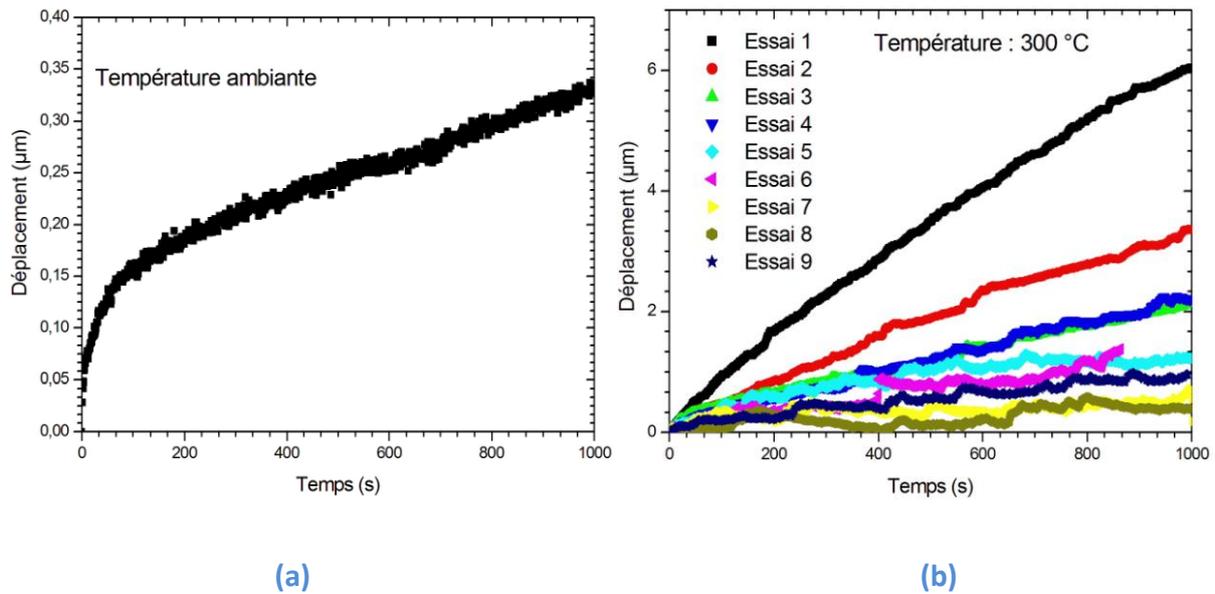


Figure 5-5 Courbes de fluage par indentation d'une céramique obtenue sous une charge de 1 N et un temps de maintien de 1000 secondes (a) à température ambiante et (b) à 300 °C.

D'autre part, pour limiter l'effet du temps de maintien, que nous savons long pour ce genre d'expériences en température, nous avons réduit cette durée de 1000 à 200 secondes, de manière à limiter la durée d'exposition du système à la chaleur. Malheureusement, la tendance des courbes n'est pas différente de celle obtenue au bout de 1000 secondes de maintien.

Nous sommes donc bien conscients des difficultés rencontrées au cours des essais en température et de la qualité des résultats obtenus qui ne représentent pas réellement le comportement au fluage des matériaux étudiés. Ceci étant dû à la dérive thermique et surtout au dispositif expérimental qui n'est pas très adapté à des mesures pour des durées d'essais longues. L'idéal serait sans doute de disposer d'un dispositif expérimental possédant un système de chauffage isolé et local de l'échantillon et de la pointe.

Malgré tout ceci, et compte tenu du fait que nous ne cherchons pas forcément à déterminer les propriétés intrinsèques de fluage de nos matériaux mais de déterminer un classement de ces derniers, nous avons continué les essais en température à une seule charge de maintien à différentes températures, en observant un temps de pause entre chaque essai. Il est important de souligner que les propriétés qui sont calculées dans la suite de ce travail ne sont pas les propriétés réelles de fluage des matériaux étudiés dans ces conditions du fait de la qualité des mesures effectuées.

4 Influence de la température sur les données de fluage par indentation

Pour étudier l'influence de la température, des essais de fluage par indentation ont été effectués sur les aciers T91, X20 et T22 à une charge de maintien de 10 N à trois températures : 100, 200 et 300 °C. La Figure 5-6 représente les courbes moyennes de fluage par indentation de ces trois aciers.

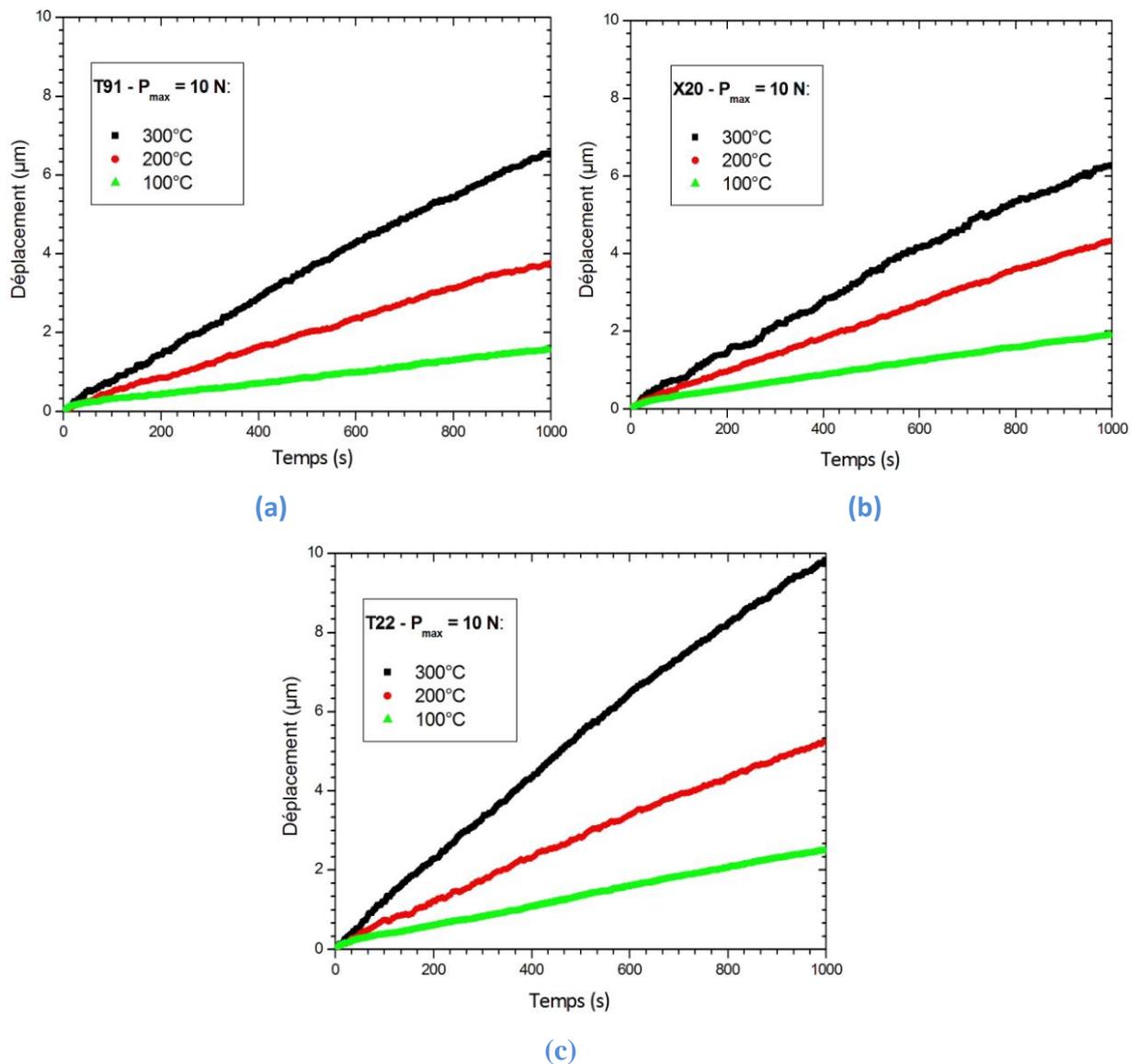
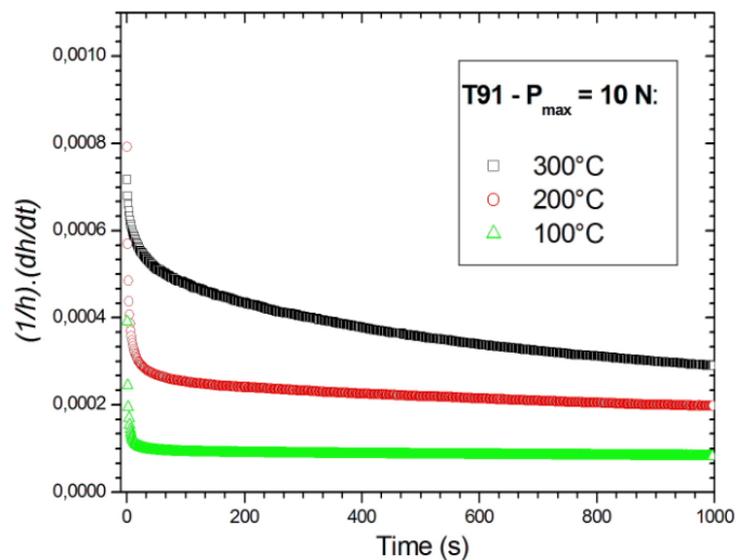


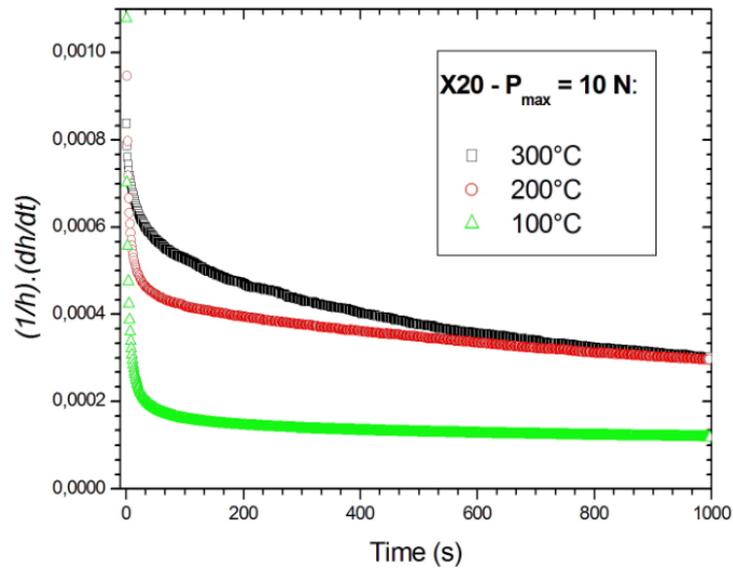
Figure 5-6 Courbes de fluage par indentation des aciers (a) T91, (b) X20 et (c) T22 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à 100, 200 et 300 °C.

Nous constatons sur ces graphiques que la température influence significativement la courbe de fluage par indentation. En effet, le déplacement de l'indenteur dans le matériau durant le maintien à charge constante croît avec la température. Nous observons par ailleurs que la pente de la partie stationnaire de la courbe de fluage augmente avec la température.

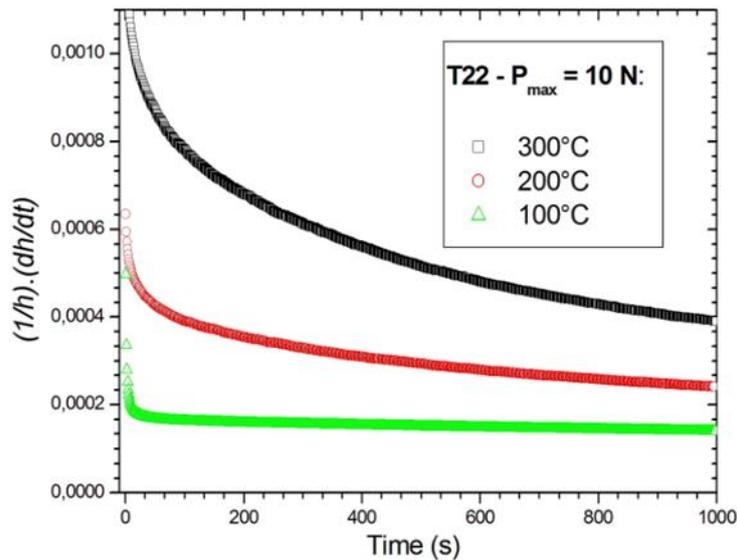
La Figure 5-7 représente l'évolution, à différentes températures, de la vitesse de déformation plastique (calculée selon la méthodologie présentée dans le chapitre 3) en fonction du temps des aciers T91, X20 et T91. On remarque que, quels que soient le matériau et la température, la vitesse de déformation présente deux stades de variation. Dans la première partie, on note une diminution rapide de la vitesse de déformation au cours du temps. Par la suite, cette vitesse de déformation commence à se stabiliser à partir d'un certain temps pour tendre vers une valeur constante appelée vitesse de fluage. Ces deux étapes traduisent les deux stades de fluage observés en indentation.



(a)



(b)



(c)

Figure 5-7 Courbes donnant la vitesse de déformation plastique en fonction du temps des aciers (a) T91, (b) X20 et (c) T22

Nous remarquons également sur ces graphiques (Figure 5-7) que la vitesse de fluage pour chaque matériau augmente avec la température de l'essai. Notons que la vitesse de déformation a été calculée en ajustant la courbe de fluage par le modèle de Choi et *al.* [8]. La vitesse de fluage est déterminée en prenant la valeur de la vitesse de déformation à $t = 1000$ secondes. Nous pouvons aussi prendre la pente de la partie linéaire de la courbe donnant la

déformation en fonction du temps. En effet, la vitesse de déformation en indentation est donnée par la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{h}}{h} \quad (5.1)$$

Les valeurs des vitesses de fluage déterminées par indentation sont rassemblées dans le **Tableau 5-2**. Ces valeurs confirment bien que la vitesse de fluage augmente avec la température, et que, par conséquent, la sensibilité au fluage des matériaux augmente aussi avec la température.

	Vitesse de fluage à t = 1000 secondes (s ⁻¹)		
	T91	X20	T22
100 °C	0,000082	0,00012	0,00014
200 °C	0,0002	0,00028	0,00024
300 °C	0,00029	0,0003	0,00039

Tableau 5-2 Vitesses de fluage en fonction de la température.

Nous pouvons ainsi conclure que la sensibilité au fluage des matériaux augmente avec la température.

5 Résultats de fluage par indentation en température

Dans cette partie, nous déterminons quelques propriétés de fluage connues en fluage classique telles que le coefficient de sensibilité à la contrainte et l'énergie d'activation. Le calcul des deux paramètres est fait en utilisant la loi de Norton ($\dot{\varepsilon} = A \cdot \sigma^n$) [77] définie au chapitre 1. Comme dans les chapitres précédents, la vitesse de déformation et la contrainte en indentation sont déterminées à partir des relations (5.1) et (5.3) :

$$\sigma = \frac{H}{C} \quad (5.3)$$

Où C est la constante de Tabor.

5.1 Coefficient de sensibilité à la contrainte

La Figure 5-8 représente en coordonnées bi-logarithmiques la vitesse de déformation en fonction de la dureté des aciers T91, X20 et T22 à 100 °C. L'exposant à la contrainte ou coefficient de sensibilité à la contrainte est obtenu en déterminant la pente de la partie linéaire de cette courbe correspondant au stade secondaire du fluage, donc pour les plus faibles valeurs de la dureté.

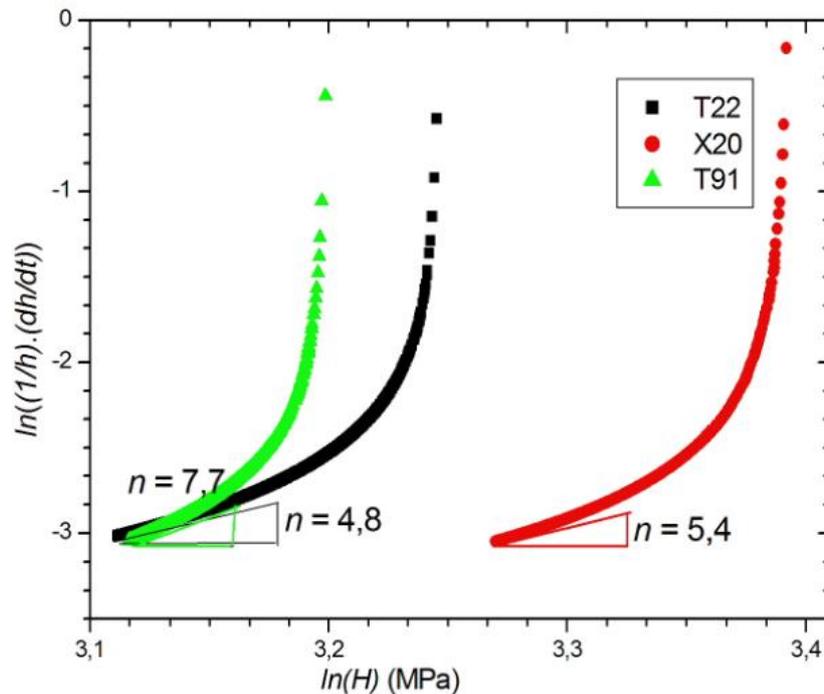


Figure 5-8 Variations de la vitesse de déformation en fonction de la dureté à 100 °C.

Le Tableau 5-3 rassemble les valeurs des exposants à la contrainte obtenues pour les aciers T91, X20 et T22 aux différentes températures de l'étude. On note que ces valeurs sont relativement proches les unes des autres. On observe tout de même une décroissance avec l'augmentation de la température de l'essai, exceptées les valeurs à 200 et 300 °C obtenues pour l'acier X20 qui sont égales. Cette décroissance traduit l'augmentation de la sensibilité au fluage des matériaux car plus cet exposant à la contrainte est faible, plus le matériau est sensible au fluage.

	n (Exposant à la contrainte)		
	T91	X20	T22
100 °C	7,7	5,4	4,8
200 °C	3,7	2,2	2,8
300 °C	2,3	2,2	1,6

Tableau 5-3 Exposants à la contrainte des aciers T91, X20 et T22 à 100, 200 et 300 °C

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la contrainte obtenues pour les aciers T91 et T22 ne nous permettent pas de confirmer le résultat que nous avons obtenu à température ambiante. En effet, nous avons trouvé au chapitre 3 que les valeurs de l'exposant à la contrainte à température ambiante déterminées par extrapolation à partir des valeurs obtenues par fluage classique à haute température étaient beaucoup plus élevées (Figure 5-9).

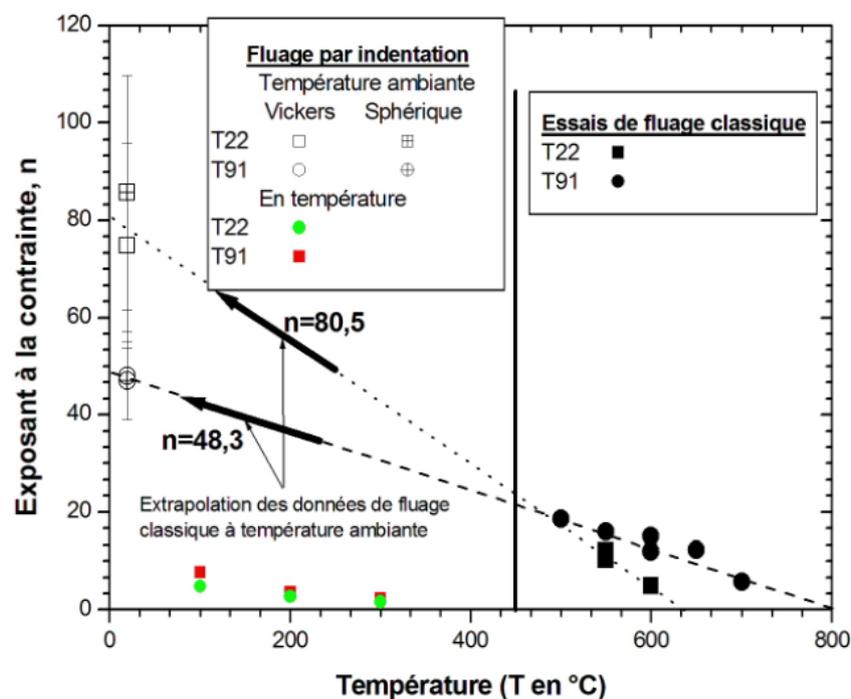


Figure 5-9 Coefficients de sensibilité à la contrainte des aciers T91 et T22 obtenus par indentation et par fluage classique en fonction de la température.

Les valeurs obtenues dans le cas présent sont très faibles comparées aux valeurs espérées (Figure 5-9). Par contre, ce résultat vient encore renforcer ce que nous avons trouvé à partir des essais de relaxation par indentation pour lesquels les valeurs de cet exposant à la contrainte étaient aussi relativement faibles ce qui confirmait les observations de certains

auteurs [144], [145] sur le fait que ce coefficient à la contrainte est indépendant de la température. Pour information, en supposant cette non-dépendance avec la température, les résultats du chapitre précédent nous donnent, à partir des essais classiques d'indentation, un exposant de contrainte moyen de 13 pour l'acier T91 et de 9 pour l'acier T22 et, à partir des essais de relaxation par indentation et selon la méthode de lissage, autour de 10 pour l'acier T91 et de 3 pour l'acier T22. Notez que ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles trouvées ici même s'il est à considérer avec prudence du fait de la dérive thermique.

5.2 Energie d'activation

L'énergie d'activation est obtenue en représentant le logarithme de la vitesse de déformation à $t = 1000$ secondes en fonction de l'inverse de la température exprimée en Kelvin. La pente, p , de la droite ainsi obtenue est reliée à l'énergie d'activation sous la forme $p = -Q/RT$ où Q est l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits ($8,31 \text{ J/mol.K}$) et T la température en Kelvin. La Figure 5-10 représente les points obtenus pour les aciers T91, X20 et T22 et donne les valeurs des énergies d'activation correspondantes.

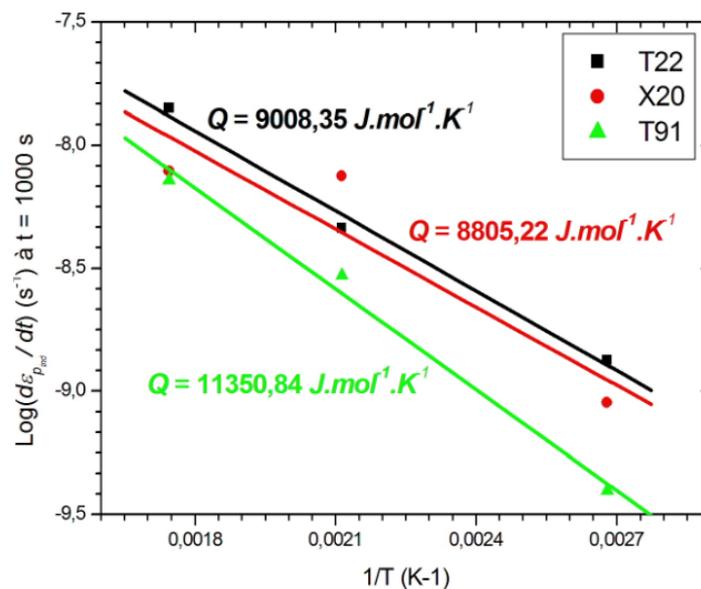


Figure 5-10 Logarithme de la vitesse de fluage à $t = 1000$ s en fonction de l'inverse de la température.

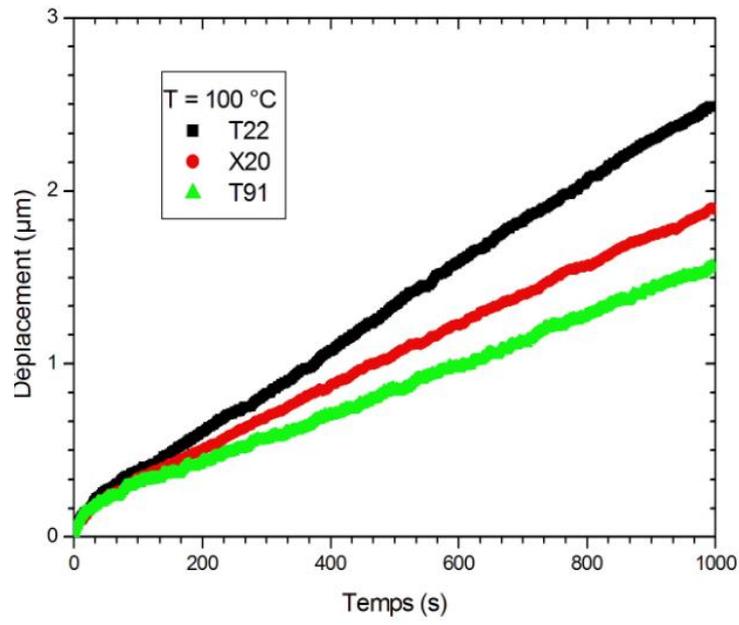
Dans un premier temps, on remarque que les points sont relativement bien alignés pour être représentés par une droite avec une dispersion un peu plus importante pour l'acier X20. Cela résulte probablement des données obtenues à $200 \text{ }^\circ\text{C}$. Nous remarquons aussi que les valeurs

d'énergies d'activation, $11350 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour l'acier T91, $8805 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour l'acier X20 et $9008 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour l'acier T22, sont très faibles comparées aux valeurs d'énergie d'activation obtenues par fluage classique. En effet, par exemple pour l'acier T91 en fluage classique, Spigarelli et *al.* [147] trouvent une énergie d'activation qui croit de 680 à 815 $\text{kJ.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ lorsque la contrainte passe de 200 à 160 MPa. Nous en concluons que les faibles valeurs d'énergie d'activation ne sont pas seulement dues aux problèmes expérimentaux mais aussi au niveau de contrainte très élevé auquel est soumis le matériau pendant l'essai d'indentation. En indentation, ce niveau de contrainte varie entre 1000 et 2000 MPa.

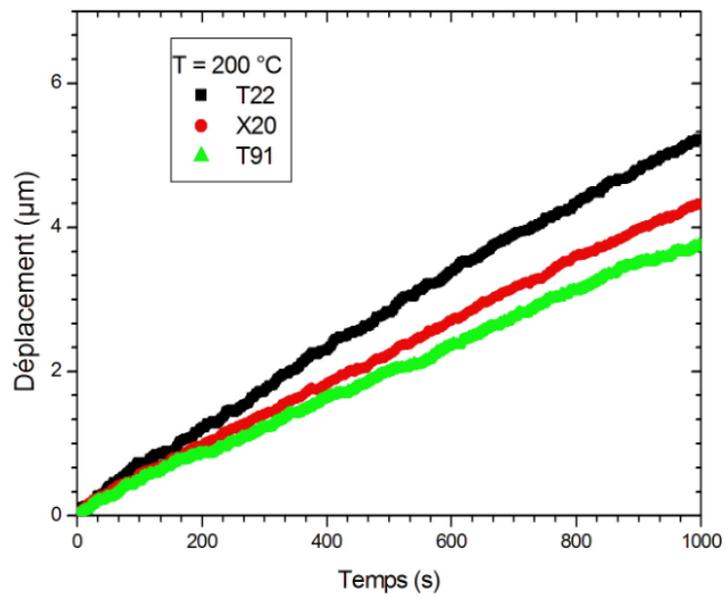
Les valeurs déterminées restent différentes de celles obtenues par les essais classiques qu'il s'agisse du coefficient de sensibilité à la contrainte ou de l'énergie d'activation dont la différence est beaucoup plus marquée. Ceci étant, les valeurs trouvées par indentation, même si elles ne sont pas comparables aux valeurs classiques, doivent pouvoir être utilisées pour représenter le comportement du matériau et aider à leur classement selon leur sensibilité au fluage. C'est le but de la dernière partie de ce chapitre.

6 Comparaison des matériaux suivant leur sensibilité au fluage par indentation

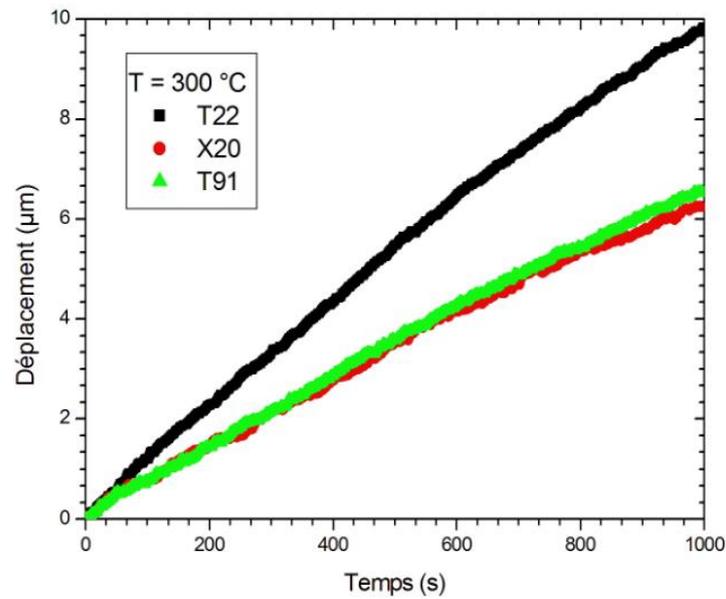
Dans le souci de comparer les aciers au chrome étudiés dans ce travail suivant leur sensibilité au fluage, nous avons, dans un premier temps, comparé les courbes donnant le déplacement de l'indenteur pendant le maintien en fonction du temps de maintien (Figure 5-11) à 100, 200 et 300 °C.



(a)



(b)



(c)

Figure 5-11 Comparaison des courbes de fluage par indentation des aciers T91, T22 et X20 obtenues sous une charge de 10 N et un temps de maintien de 1000 secondes à (a) 100 °C, (b) 200 °C et (c) 300 °C.

A la lecture de ces graphiques, à l'exception de la Figure 5-11.c, on constate que la profondeur de pénétration de l'indenteur pendant le maintien à charge constante pour l'acier T22 est supérieure à celle de l'acier X20 qui elle-même est supérieure à celle de l'acier T91. Ceci prouve que l'acier T91 résiste mieux à la pénétration de l'indenteur pendant le fluage par indentation comparativement à l'acier X20 qui lui-même résiste mieux que l'acier T22. A 300 °C (Figure 5-11.c), on note une légère inversion du comportement entre les aciers T91 et X20. En effet, c'est l'acier X20 qui devient légèrement plus résistant à la pénétration de l'indenteur comparé au T91 contrairement à ce que nous avons observé à 100 et 200 °C (Figure 5-11.a et b). Ceci peut être attribué à un artefact étant donné qu'au regard des graphiques, la pente de la courbe représentant le comportement de l'acier X20 est proche de celle de l'acier T91 contrairement à ce que nous avons remarqué sur les deux autres graphiques (Figure 5-11.a et b), c'est l'acier T22 qui résiste mieux à la pénétration que le X20. C'est pourquoi dans tous les cas il est judicieux et il est même fortement conseillé de renouveler les expériences de manière à obtenir des résultats représentatifs du comportement des matériaux étudiés, une seule température et une seule charge ne suffisent pas.

Dans la suite, nous avons représenté les vitesses de fluage par indentation sur un histogramme en fonction de la température pour les trois aciers (Figure 5-12).

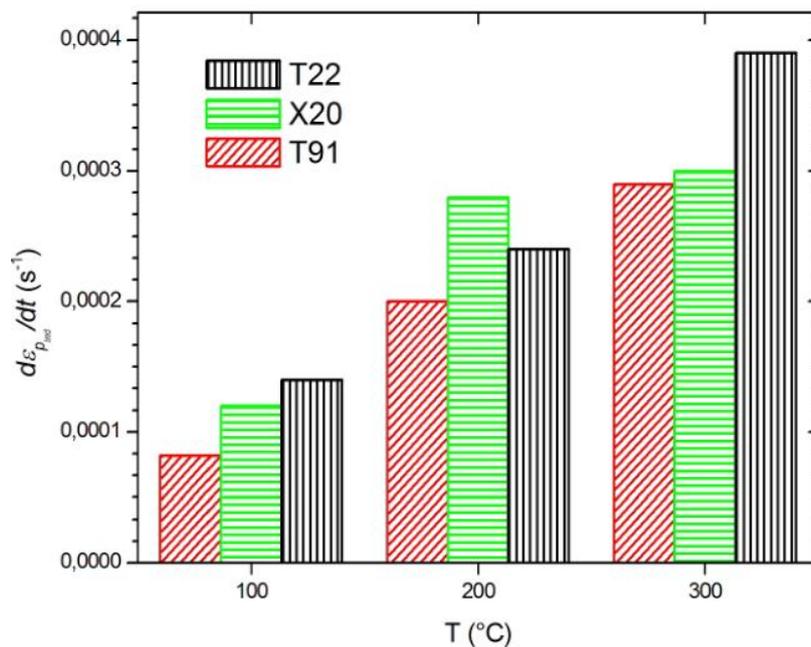


Figure 5-12 Représentation de la vitesse de fluage par indentation en fonction de la température.

Le premier constat que nous pouvons faire est que toutes les vitesses de fluage augmentent avec la température comme nous l'avons vu sur la Figure 5-7. On remarque aussi qu'à chaque température, exception faite à 200 °C, la vitesse de fluage de l'acier T22 est plus élevée comparée à celle de l'acier X20, puis de celle de l'acier T91. Cette valeur élevée de la vitesse de fluage traduit le fait que le T22 est plus sensible au fluage que les deux autres aciers. Pour les valeurs obtenues à 200 °C, on remarque que c'est l'acier X20 qui est le plus sensible au fluage.

Nous avons aussi comparé, à différentes températures, les valeurs de coefficient de sensibilité à la contrainte qui ont été calculées précédemment (Tableau 5-3). La Figure 5-13 représente ces valeurs à différentes températures. Nous remarquons d'abord que ces valeurs diminuent lorsque la température augmente. D'autre part, la valeur de l'exposant à la contrainte de l'acier T91 est supérieure à celle de l'acier X20 dont la valeur de n est aussi supérieure à celle de l'acier T22. Ceci est vérifié à 100 °C et 300°C. À 200 °C, c'est l'acier X20 qui affiche la plus faible valeur de l'exposant. Ce qui sous-entend qu'à cette température, ce matériau est

plus sensible au fluage par indentation car, de manière générale, la sensibilité au fluage augmente lorsque cette valeur diminue.

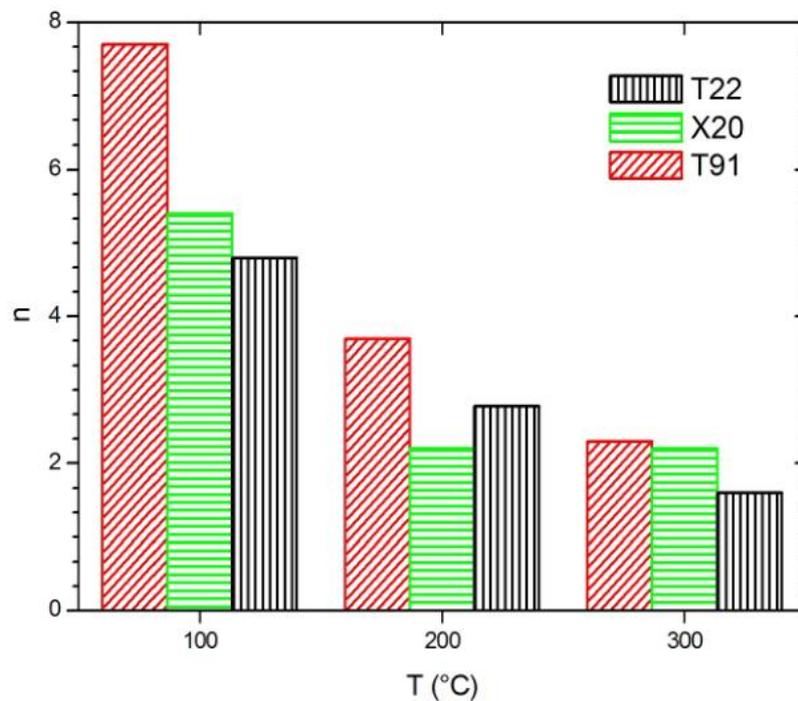


Figure 5-13 *Exposant à la contrainte en fonction de la température.*

Finalement, on constate que le classement des trois matériaux est respecté à 100 °C que ce soit en analysant les courbes déplacements – temps, la vitesse de fluage par indentation ou encore le coefficient de sensibilité à la contrainte. A cette température, le matériau le moins sensible au fluage est le T91, suivi du X20 et ensuite du T22. Ceci n'est pas respecté aux autres températures. En effet, à 200 °C on constate que l'ordre précédent est respecté au regard des courbes déplacements – temps et ne l'est pas lorsqu'on compare les valeurs de n et de vitesses de fluage ; dans ces cas, l'acier T91 reste le moins sensible, suivi du T22 et ensuite du X20. A 300 °C, on a remarqué que les courbes déplacements – temps des aciers T91 et X20 sont très proches l'une de l'autre. Au regard des vitesses de fluage et des coefficients de sensibilité à la contrainte, on peut remarquer ce rapprochement entre le comportement des aciers X20 et T91. Ce rapprochement de comportement est plus perceptible dans ces deux cas et on retrouve aisément le même classement qu'à 100 °C des matériaux selon leur sensibilité au fluage. Cette permutation observée à 200 °C vient de la dispersion observée sur la Figure 5-10 concernant les données de l'acier X20.

Au regard de cette analyse, le classement des matériaux que nous proposons ici à partir des essais de fluage par indentation est le même que celui obtenu par les essais classiques de fluage comme nous l'avons vu au chapitre 2 : l'acier T91 est plus résistant que l'acier X20 qui à son tour est plus résistant que l'acier T22.

7 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement au fluage par indentation de divers aciers au chrome. Nous avons dans un premier temps relevé les problèmes liés à la température et à la mise en application de cet essai en température. Il se trouve que notre dispositif expérimental est limité pour ce type d'essai malgré les méthodes utilisées pour palier à ce problème. Cela explique le fait que la profondeur de pénétration de l'indenteur que nous avons obtenue sur un même matériau reste presque inchangée lorsqu'on fait varier la charge de maintien. Par contre on observe quand même une influence lorsqu'on fait varier la température.

Nous avons tout de même déterminé les coefficients de sensibilité à la contrainte, l'énergie d'activation et les vitesses de fluage de nos matériaux à différentes températures. Si les énergies d'activation restent très faibles comparées à celles obtenues par fluage classique ce que nous pouvons expliquer par les niveaux de contraintes générées par indentation comparés à ces essais classiques, il n'en est pas de même pour les valeurs des exposants à la contrainte qui sont globalement du même ordre de grandeur si on suppose qu'ils sont indépendants de la température. Bien sûr, leurs valeurs sont à considérer avec précaution eu égard aux problèmes que nous avons rencontrés sur le maintien du système en température. Toutefois, nous avons pu proposer un classement des aciers selon leur sensibilité au fluage qui est comparable à celui obtenu en fluage classique à hautes températures. Notre objectif est atteint même si d'autres études doivent venir renforcer ce résultat. En effet, comme les essais de relaxation par indentation semblent donner de meilleurs résultats (nous n'avons pas eu d'exposants très grands comme ceux obtenus par fluage par indentation), nous pensons que des essais de relaxation en températures doivent nous apporter des éléments permettant de renforcer notre méthodologie.

Conclusion générale et perspectives

Ce travail concerne l'étude du comportement au fluage et à la relaxation par indentation de trois nuances d'aciers à 9 % (T91), 2,5 % (T22), et 12 % (X20) de chrome avec pour objectif de trouver une méthodologie simple permettant de classer ces matériaux selon leur sensibilité au fluage.

Concernant l'étude du comportement au fluage, une première étude a été effectuée à température ambiante sur les aciers T91 et T22. Puis, une seconde étude, cette fois-ci en température, a été réalisée sur les aciers T91, T22 et X20. A température ambiante, l'étude des conditions expérimentales sur le comportement au fluage nous a permis de constater que la vitesse de chargement et la charge de maintien influencent considérablement la réponse au fluage par indentation des matériaux. En effet, le phénomène de fluage par indentation s'amplifie au fur et à mesure que les valeurs de ces paramètres (vitesse de chargement et charge de maintien) augmentent. Nous avons, à la suite de l'étude, proposé les conditions d'essais optimales suivantes : Un temps de maintien de 1000 secondes qui est la durée minimale au-delà de laquelle le comportement au fluage de nos matériaux reste inchangé. Ceci a été démontré en ajustant la courbe de fluage par indentation avec le modèle de Choi *et al.*. Nous avons choisi une vitesse de chargement de 30 N/min afin d'amplifier le phénomène de fluage et surtout parce que c'est à cette vitesse que nous avons observé une grande différence de comportement entre nos matériaux. De plus, la charge pour effectuer ces essais doit être supérieure à une valeur proche de 3 N car pour des charges inférieures, sur nos matériaux, nous avons observé des valeurs de pentes des courbes de fluage presque constantes et tendant vers une valeur nulle, ce qui rend le fluage secondaire presque inexistant pour ces charges. En appliquant ces conditions expérimentales nous avons pu déterminer, à température ambiante, les coefficients de sensibilité à la contrainte de nos matériaux qui par la suite ont été comparés aux valeurs obtenues par extrapolation à température ambiante des valeurs obtenues à hautes températures par les essais de fluage classique. On observe une inversion de comportement à température ambiante, où la valeur du coefficient est plus grande pour l'acier T22 (75 ± 21) comparée à celle de l'acier T91 (48 ± 9), comparée à ce qui

est observé à haute température où c'est l'acier T91 qui a une valeur de coefficient supérieure à celle de l'acier T22.

Nous avons effectué les essais de fluage par indentation en température en choisissant comme conditions d'essais celles qui ont été optimisées à température ambiante. Notons que l'étude de l'influence de la forme de l'indenteur, entre les indenteurs sphérique et Vickers, à température ambiante, ne nous a pas montré de différence significative ; raison pour laquelle les essais en température ont été effectués à l'aide de la pointe Vickers. Ici nous avons été confrontés au problème de dilatation thermique et de dérive du système électronique qui s'échauffe pendant l'essai. En effet nous avons remarqué que pour plusieurs essais réalisés dans les mêmes conditions, les profondeurs de pénétration pendant le fluage diminuent au fur et à mesure des essais pour se stabiliser à une certaine profondeur. Nous avons attribué ce phénomène à un problème lié à la température ou à la dérive du système électronique qui s'échauffe au fur et à mesure des essais. Pour remédier à cette variation de la pente, nous avons d'abord suggéré d'observer une pause entre chaque essai afin de laisser le système refroidir malgré le fait que nous devons garder l'indenteur et l'échantillon en contact afin d'éviter une différence de température entre ces deux éléments. Le problème de différence de température a été réduit en établissant le contact, avant chaque essai, entre l'indenteur et l'échantillon lors du réglage de la profondeur qui dure quelques secondes. D'autre part, nous avons essayé d'évaluer cette dérive thermique afin de la soustraire aux courbes. Malgré les différentes tentatives, nous n'avons pas pu déterminer cette dérive, probablement du fait que notre système expérimental est peu adapté pour ce type d'essai. Toutefois, nous avons obtenu des courbes assez reproductibles mais qui ne sont pas exemptes d'erreurs liées à la température. Par ailleurs nous observons l'influence de la température sur les courbes de fluage ; les pentes des parties secondaires des courbes augmentent avec la température. A la suite de ces observations, et compte tenu du fait que notre objectif premier n'est pas de déterminer les propriétés intrinsèques de nos matériaux mais de les comparer, nous avons donc continué notre étude à 100, 200 et 300 °C en observant un temps de maintien de 1000 secondes sous une charge de 10 N. Nous avons déterminé les coefficients de sensibilité à la contrainte, les vitesses de fluage et les énergies d'activation de nos matériaux dans ces conditions. Le premier constat est que les valeurs des énergies d'activation sont très faibles comparées à celles obtenues par les essais classiques de fluage et les valeurs des coefficients de sensibilité à la contrainte déterminées à température sont aussi faibles comparées aux valeurs escomptées par l'extrapolation des valeurs obtenues à haute température par les essais

de fluage classique à haute température. Par exemple, nous avons obtenu par indentation, pour l'acier T91, une valeur d'énergie d'activation de $11 \text{ KJ.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ comparée à celle obtenue par fluage classique qui se situe autour de $600 \text{ KJ.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Pour ce même matériau, le coefficient de sensibilité à la contrainte est proche de 4 comparée à la valeur attendue de 36. En ce qui concerne les vitesses de déformation, nous remarquons qu'elles augmentent logiquement avec la température.

La comparaison de tous ces paramètres de fluage entre les différents matériaux, à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ et $300 \text{ }^\circ\text{C}$, nous permet de dire, sur la base de la vitesse de fluage qui augmente avec la sensibilité au fluage et le coefficient de sensibilité à la contrainte qui lui augmente lorsque la sensibilité au fluage diminue, que l'acier T91 est plus résistant que l'acier X20 qui à son tour est plus résistant que l'acier T22. Par contre, ce constat ne peut se faire à $200 \text{ }^\circ\text{C}$ car on observe une inversion de comportement entre les aciers X20 et T22. Cette inversion peut être due à un artefact observé pendant les essais effectués à $200 \text{ }^\circ\text{C}$ sur l'acier X20. Ceci est confirmé en observant la vitesse de fluage en fonction de l'inverse de la température où on observe pour l'acier X20 une dispersion des points représentatifs.

Concernant la relaxation par indentation, les essais ont été effectués à température ambiante sur les aciers T91 et T22. Nous avons dans un premier temps étudié le comportement à la relaxation par indentation proprement dit et ensuite, nous avons essayé d'établir une corrélation Relaxation – Fluage. Dans la première partie, nous avons principalement étudié l'influence de la profondeur de maintien et les différentes formes de représentations des données de l'essai de relaxation par indentation. Une première comparaison, à partir des courbes de relaxation aux profondeurs de maintien de $20 \text{ }\mu\text{m}$ et $30 \text{ }\mu\text{m}$, a été faite et nous avons constaté que l'acier T91 est moins sensible à la relaxation que l'acier T22 comme dans le cas du fluage par indentation où nous avons le même classement. Dans la deuxième partie de l'étude, concernant ce type d'essai, nous avons proposé deux méthodes mathématiques qui, à partir des essais de relaxation par indentation, permettent de retrouver les propriétés de fluage, notamment le coefficient de sensibilité à la contrainte. Ces méthodes, basées sur la théorie de Hart, permettent de translater les courbes donnant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation plastique et de construire la courbe maîtresse d'un matériau. Elles ont été adaptées au cas particulier de la représentation des données de relaxation par indentation par une courbe donnant la charge en fonction de la vitesse de déformation plastique. La comparaison de l'inverse des pentes des droites de translation obtenues lors de la construction

des courbes maîtresses des aciers T91 et T22 nous permet de remarquer que les valeurs obtenues par ce mode de sollicitation sont proches de celles obtenues par fluage classique des aciers T91 et T22. Pour cela, l'exposant à la contrainte en fluage doit être considéré constant et donc indépendant de la température comme l'ont déjà observé plusieurs auteurs [144], [145]. Le fait que par le fluage par indentation à température ambiante on trouve des valeurs beaucoup plus élevées doit probablement être rattaché à des mécanismes de déformation différents en fonction de la température. La relaxation par indentation semble donc être un outil approprié pour proposer le classement des matériaux selon leur sensibilité au fluage

Au vu de tous les résultats obtenus, les perspectives de cette étude peuvent être les suivantes :

- Les essais de relaxation réalisés à température ambiante nous ont permis de proposer une méthodologie permettant d'établir une corrélation entre les données de relaxation et les données de fluage. Toutefois, il serait important de mener une étude en température afin de valider cette approche ; et aussi de multiplier des essais utilisant plusieurs profondeurs de maintien, que ce soit en température ou à température ambiante, afin de construire une courbe maîtresse représentative du comportement mécanique du matériau.
- La réalisation d'essais de fluage, à température ambiante et en température, à l'aide d'un indenteur plat fait partie des perspectives à court terme du fait que le laboratoire s'est récemment doté d'une telle pointe. L'intérêt de ce type d'indenteur est qu'il produit une contrainte constante au cours du maintien à charge constante.
- Nous pouvons aussi étendre la méthodologie proposée dans ce travail à d'autres matériaux, et surtout des matériaux avec une faible température de fusion dont la température de fluage est inférieure à 400 °C qui est la limite de notre dispositif expérimental.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] D. Allen, B. Scarlin and J. Oakey, 'The new COST action 522 — Power generation in the 21st Century: Ultra efficient, low emission plant', *Mater. Adv. Power Eng.*, vol. 5, pp. 1825–1839, 1998.
- [2] S. C. Bose, K. Singh, J. Swaminathan and D. S. Sarma, 'Prediction of creep life of X10CrMoVNbN-91 (P-91) steel through short term stress relaxation test methodology', *Mater. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 10, pp. 1290–1296, Oct. 2004.
- [3] W. C. Oliver and G. M. Pharr, 'An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments', *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 006/001 1992.
- [4] D. Chicot and J. Lesage, 'Absolute hardness of films and coatings', *Thin Solid Films*, vol. 254, no. 1–2, pp. 123–130, Jan. 1995.
- [5] A. Tricoteaux, G. Duarte, D. Chicot, E. Le Bourhis, E. Bemporad and J. Lesage, 'Depth-sensing indentation modeling for determination of Elastic modulus of thin films', *Mech. Mater.*, vol. 42, no. 2, pp. 166–174, Feb. 2010.
- [6] W. C. Oliver and G. M. Pharr, 'Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology', *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 01, pp. 3–20, 2004.
- [7] P. S. PHANI, W. C. OLIVER and G. M. PHARR, 'On the Measurement of Power Law Creep Parameters from Instrumented Indentation', *JOM*, vol. 69, no 11, pp. 2229-2236, 2017.
- [8] I. C. Choi, B. G. Yoo, Y. J. Kim, Moo-Young Seok, Yinmin Wang and Jae-il Jang, 'Estimating the stress exponent of nanocrystalline nickel: Sharp vs. spherical indentation', *Scr. Mater.*, vol. 65, no. 4, pp. 300–303, Aug. 2011.
- [9] D. Chicot and D. Mercier, 'Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve', *Mech. Mater.*, vol. 40, no. 4–5, pp. 171–182, Apr. 2008.
- [10] N. Q. Chinh and P. Szommer, 'Mathematical description of indentation creep and its application for the determination of strain rate sensitivity', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 611, pp. 333–336, Aug. 2014.
- [11] R. Mahmudi and A. Rezaee-Bazzaz, 'Superplastic indentation creep of Sn–Pb–Sb peritectic', *Mater. Lett.*, vol. 59, no. 13, pp. 1705–1708, Jun. 2005.
- [12] B. Beake, 'Modelling indentation creep of polymers: a phenomenological approach', *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 39, no. 20, pp. 4478–4485, Oct. 2006.

- [13] A. C. Fischer-Cripps, ‘A simple phenomenological approach to nanoindentation creep’, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 385, no. 1–2, pp. 74–82, Nov. 2004.
- [14] J. Dean, J. Campbell, G. Aldrich-Smith and T. W. Clyne, ‘A critical assessment of the “stable indenter velocity” method for obtaining the creep stress exponent from indentation data’, *Acta Mater.*, vol. 80, pp. 56–66, Nov. 2014.
- [15] C. Su, E. G. Herbert, S. Sohn, J. A. LaManna, W. C. Oliver and G. M. Pharr, ‘Measurement of power-law creep parameters by instrumented indentation methods’, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 61, no. 2, pp. 517–536, Feb. 2013.
- [16] J. C. M. Li, ‘Creep by indentation’, *Encycl. Mater. Sci. Technol.*, pp. 1765–1767, 2001.
- [17] D. A. Woodford, ‘Creep analysis of directionally solidified GTD111 based on stress relaxation testing’, *Mater. High Temp.*, vol. 14, pp. 413–420, Jan. 1997.
- [18] A. Fox, *Stress Relaxation Testing*, vol. 676. ASTM International, 1979.
- [19] W. H. Bang, K. H. Oh, J. P. Jung, J. W. Morris and F. Hua, ‘The correlation between stress relaxation and steady-state creep of eutectic Sn-Pb’, *J. Electron. Mater.*, vol. 34, pp. 1287–1300, 2005.
- [20] E. W. Hart and H. D. Solomon, ‘Load relaxation studies of polycrystalline high purity aluminum’, *Acta Metall.*, vol. 21, pp. 295–307, Mar. 1973.
- [21] G. E. Lucas and C. Pendleton, ‘Time-dependent flow properties from indentation tests’, *J. Nucl. Mater.*, vol. 104, pp. 1539–1543, 1981.
- [22] C. Kibelolo, ‘Modélisation d’essais de relaxation, de fluage et de torsion par la théorie de Hart’, Thèse de doctorat, Université de Lille 1, n° d'ordre 602, 192 p, 1990.
- [23] C. A. Schuh, C. E. Packard and A. C. Lund, ‘Nanoindentation and contact-mode imaging at high temperatures’, *J. Mater. Res.*, vol. 21, pp. 725–736, Mar. 2006.
- [24] F. Saint-Antonin, ‘Essais de fluage’, *Tech. L’ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M 1II, 1995.
- [25] S. Dubiez-Le Goff, ‘Comportement et endommagement d’un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud’, Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, n° d'ordre 1863, 237 p, 2003.
- [26] E. D. C. Andrade, ‘On the viscous flow in metals, and allied phenomena’, *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Vol. 84, pp. 1–12, 1910.

- [27] P. G. McVetty, 'Factors affecting the choice of working stresses for high temperature service', *Trans ASME*, vol. 55, pp. 99–109, 1933.
- [28] J. B. Conway and M. J. Mullikin, 'An evaluation of various first stage creep equations', *Journal Of Metals*, vol. 17, p. 1020, 1965.
- [29] A. Graham and K. F. A. Walles, 'Relationships between long and short time creep and tensile properties of a commercial alloy', *J Iron Steel Inst Lond.*, vol. 179, pp. 105–120, 1955.
- [30] F. H. Norton, 'The creep of steel at high temperature', McGraw-Hill Book Company, New York, 1929.
- [31] A. Nadai, 'The influence of time upon creep. The hyperbolic sine creep law', *S. Timoshenko 60th Anniversary*, Macmillan, New York, pp. 155–170, 1938.
- [32] D. McHenry, 'A new aspect of creep in concrete and its application to design', in *Proc. ASTM*, 1943, vol. 43, pp. 1069–1084.
- [33] Y. N. Rabotnov, 'Creep Problems in Structural Elements', Amsterdam : North-Holland, 836 p., 1969.
- [34] L. M. Kachanov, 'Time of the rupture process under creep conditions', *Izu. Akad. Nauk SSR Otd. Tech.*, Vol. 8, pp. 26–31, 1958.
- [35] J.-P. Poirier, 'Creep of crystals: high-temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals', Cambridge University Press, 1985.
- [36] M. F. Ashby, 'Mechanisms of deformation and fracture', *Adv. Appl. Mech.*, vol. 23, pp. 117–177, 1983.
- [37] H. J. Frost and M. F. Ashby, 'Deformation-Mechanism Maps and the Creep of Tungsten Lamp Filaments', DTIC Document, 1972.
- [38] A. K. Mukherjee, 'The rate controlling mechanism in superplasticity', *Mater. Sci. Eng.*, vol. 8, pp. 83–89, 1971.
- [39] P. Guyot and J. E. Dorn, 'A critical review of the Peierls mechanism', *Can. J. Phys.*, vol. 45, pp. 983–1016, 1967.
- [40] A. K. Mukherjee, J. E. Bird, and J. E. Dorn, 'Experimental correlations for high-temperature creep.', California Univ., Berkeley. Lawrence Radiation Lab., 1968.
- [41] R. L. Coble, 'A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials', *J. Appl. Phys.*, vol. 34, pp. 1679–1682, 1963.

- [42] C. Herring, 'Diffusional viscosity of a polycrystalline solid', *J. Appl. Phys.*, vol. 21, pp. 437–445, 1950.
- [43] G. Webster and R. A. Ainsworth, 'High temperature component life assessment', Springer Science & Business Media, 2013.
- [44] M. F. Ashby, C. Gandhi and D. M. R. Taplin, 'Overview No. 3 Fracture-mechanism maps and their construction for fcc metals and alloys', *Acta Metall.*, vol. 27, pp. 699–729, 1979.
- [45] F. Abe, T.-U. Kern and R. Viswanathan, 'Creep-resistant steels', Woodhead Publishing in Materials-Elsevier, 700 p, 2008.
- [46] M. Ashby, 'A first report on deformation-mechanism maps', *Acta Metall.*, vol. 20, pp. 887–897, Jul. 1972.
- [47] F. C. Monkman and N. J. Grant, 'An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests', in *proc. ASTM*, vol. 56, pp. 593–620, 1956.
- [48] F. R. Larson and J. Miller, 'A time-temperature relationship for rupture and creep stresses', *ASME Trans.*, Vol. 74, pp. 765-771, July 1952.
- [49] D. Barbera and H. Chen, 'Creep rupture assessment by a robust creep data interpolation using the Linear Matching Method', *Eur. J. Mech. - A Solids*, vol. 54, pp. 267–279, Nov. 2015.
- [50] O. D. Sherby and J. E. Dorn, 'On the Correlation Between Creep and Tensile Properties of Dilute Alpha Solid Solutions of Aluminum', Institute of Engineering Research, Univ. of Calif., 1951.
- [51] S. S. Manson and A. M. Haferd, 'A linear time-temperature relation for extrapolation of creep and stress-rupture data', National Advisory Committee for Aeronautics. Lewis Flight Propulsion Lab., Cleveland, United States, 50 p, 1953.
- [52] F. Masuyama, 'Creep rupture life and design factors for high-strength ferritic steels', *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 84, pp. 53–61, Jan. 2007.
- [53] M. Evans, 'Some interpolative properties of the Monkman-Grant empirical relation in 214Cr-1Mo steel tubes', *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 72, pp. 177–191, 1997.
- [54] E. M. Haney et al., 'Macroscopic results of long-term creep on a modified 9Cr–1Mo steel (T91)', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 510–511, pp. 99–103, Jun. 2009.
- [55] B. K. Choudhary, 'Tertiary creep behaviour of 9Cr–1Mo ferritic steel', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 585, pp. 1–9, Nov. 2013.

- [56] F. Dobeš and K. Milička, ‘The relation between minimum creep and time to fracture’, *Met. Sci.*, vol. 10, pp. 382–384, 1976.
- [57] A. C. F. Cocks and M. F. Ashby, ‘On creep fracture by void growth’, *Prog. Mater. Sci.*, vol. 27, no. 3, pp. 189–244, Jan. 1982.
- [58] M. F. Ashby and B. F. Dyson, ‘Creep damage mechanics and micromechanisms’, in *Fracture 84*, Pergamon, 1984, pp. 3–30.
- [59] F. A. Leckie and D. R. Hayhurst, ‘Constitutive equations for creep rupture’, *Acta Metall.*, vol. 25, pp. 1059–1070, 1977.
- [60] F. Saint-Antonin, ‘Essais de relaxation isotherme’, *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. MB2., 1997.
- [61] A. Seeger, J. Diehl, S. Mader and H. Rebstock, ‘Work-hardening and work-softening of face-centred cubic metal crystals’, *Philos. Mag.*, vol. 2, pp. 323–350, Mar. 1957.
- [62] L. Solomon, ‘Élasticité linéaire’, Masson et Cie Editeurs (online edition: Adriana Vasilescu), 1968.
- [63] V. I. Dotsenko, ‘Stress relaxation in crystals’, *Phys. Status Solidi B*, vol. 93, pp. 11–43, 1979.
- [64] E. Orowan, ‘Problems of plastic gliding’, *Proc. Phys. Soc.*, vol. 52, 8 p., 1940.
- [65] U. F. Kocks, ‘in Unified Constitutive Equations for Creep and Plasticity’ Elsevier, New York, 1987.
- [66] U. F. Kocks, ‘Realistic constitutive relations for metal plasticity’, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 317, pp. 181–187, 2001.
- [67] H. Mecking, U. F. Kocks and H. Fischer, ‘Hardening, recovery, and creep in fcc mono- and polycrystals’, in Presented at the 4th Intern. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Nancy, 30 Aug.-3 Sep. 1976.
- [68] G. A. Sargent, ‘Stress relaxation and thermal activation in niobium’, *Acta Metall.*, vol. 13, pp. 663–671, 1965.
- [69] M. S. Mohebbi, A. Akbarzadeh, Y.-O. Yoon and S.-K. Kim, ‘Stress relaxation and flow behavior of ultrafine grained AA 1050’, *Mech. Mater.*, vol. 89, pp. 23–34, Oct. 2015.
- [70] P. Feltham, ‘Creep and stress relaxation in alpha-brass at low temperatures’, *Philos. Mag.*, vol. 6, pp. 259–270, 1961.

- [71] W. G. Johnston and J. J. Gilman, 'Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals', *J. Appl. Phys.*, vol. 30, pp. 129–144, Feb. 1959.
- [72] J. J. Gilman, 'The plastic resistance of crystals', *Aust. J. Phys.*, vol. 13, p. 327–346, 1960.
- [73] I. Gupta and J. C. M. Li, 'Stress relaxation, internal stress and work hardening in LiF and NaCl crystals', *Mater. Sci. Eng.*, vol. 6, pp. 20–26, 1970.
- [74] J. Beddoes and T. Mohammadi, 'Comparison of stress relaxation and creep strain rates for the superalloy IN738LC', *J. Strain Anal. Eng. Des.*, vol. 45, pp. 587–592, Nov. 2010.
- [75] A. Pagliarello and J. Beddoes, 'The stress relaxation and creep behaviour of a manganese-stabilized austenitic stainless steel', *J. Strain Anal. Eng. Des.*, vol. 44, pp. 201–209, Mar. 2009.
- [76] H. D. Chandler, 'A comparison between steady state creep and stress relaxation in copper', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, pp. 6219–6223, 2010.
- [77] F. H. Norton, 'The creep of steel at high temperatures', McGraw-Hill Book Company, New York, 1929.
- [78] G. N. Morscher and J. A. DiCarlo, 'A simple test for thermomechanical evaluation of ceramic fibers', *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 75, pp. 136–140, 1992.
- [79] H. Garmestani, M. R. Vaghar and E. W. Hart, 'A unified model for inelastic deformation of polycrystalline materials — application to transient behavior in cyclic loading and relaxation', *Int. J. Plast.*, vol. 17, pp. 1367–1391, Oct. 2001.
- [80] H. Yamada and C.-Y. Li, 'Stress relaxation and mechanical equation of state in austenitic stainless steels', *Metall. Trans.*, vol. 4, pp. 2133–2136, 1973.
- [81] E. T. Whittaker and G. N. Watson, 'Modern analysis', Cambridge University Press Cambridge, 1927.
- [82] H. Yamada and C.-Y. Li, 'Stress relaxation and mechanical equation of state in b.c.c. metals in monotonic loading', *Acta Metall.*, vol. 22, pp. 249–253, Feb. 1974.
- [83] G. . Wire, H. Yamada and L. Che-Yu, 'Mechanical equation of state and grain boundary sliding in lead in monotonic loading', *Acta Metall.*, vol. 22, pp. 505–512, Apr. 1974.
- [84] F. Povolo and M. Higa, 'Stress-relaxation in bending, at 673 K, of stress-relieved and cold-worked Zircaloy-4', *J. Nucl. Mater.*, vol. 91, pp. 189–199, Jun. 1980.

- [85] I. Lerner and D. L. Kohlstedt, 'Load relaxation studies of AgCl', *Acta Metall.*, vol. 30, pp. 225–233, 1982.
- [86] F. Mohs, 'Treatise on mineralogy : Or, The natural history of the mineral kingdom', Edinburgh and Hurst, A. Constable and Co., Vol. 1, London, 1825.
- [87] J. A. Brinell, 'Researches on the Comparative Hardness of Acid and Basic Open-Hearth Steel at Various Temperatures, by Means of" Ball Testing."', *Iron Steel*, vol. 9, pp. 16–19, 1905.
- [88] R. Rezakhanlou, 'L'essai de dureté: un essai mécanique à part entière', Direction E.D.F, 1993.
- [89] D. Tabor, 'The hardness and strength of metals', *J. Inst. Met.*, vol. 79, pp. 1–18, 1951.
- [90] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.Kh. Shorshorov, A.P. Ternovskij and G.D. Shnyrev, 'Determination of Young modulus by the hardness indentation diagram', *Zavod. Lab.*, vol. 41, pp. 1137–1140, 1975.
- [91] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov and A. P. Ternovskii, 'Mechanical properties of materials studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression', *Strength Mater*, vol. 8, pp. 1084–1089, 1976.
- [92] I. N. Sneddon, 'The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile', *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 3, pp. 47–57, May 1965.
- [93] G. E. Dieter, 'Elements of the theory of plasticity', *Mech. Metall.*, pp. 76–79, 1988.
- [94] M. J. Mayo and W. D. Nix, 'A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 wt% Pb', *Acta Metall.*, vol. 36, pp. 2183–2192, Aug. 1988.
- [95] R. Z. Valiev, M. Y. Murashkin, A. Kilmametov, B. Straumal, N. Q. Chinh and T. G. Langdon, 'Unusual super-ductility at room temperature in an ultrafine-grained aluminum alloy', *J. Mater. Sci.*, vol. 45, pp. 4718–4724, Sep. 2010.
- [96] S. H. Xia, J. Wang, J. T. Wang and J. Q. Liu, 'Improvement of room-temperature superplasticity in Zn–22wt.%Al alloy', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 493, pp. 111–115, Oct. 2008.
- [97] N. Q. Chinh, P. Szommer, T. Csanádi and T. G. Langdon, 'Flow processes at low temperatures in ultrafine-grained aluminum', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 434, pp. 326–334, Oct. 2006.

- [98] M. A. Meyers, A. Mishra and D. J. Benson, ‘The deformation physics of nanocrystalline metals: experiments, analysis, and computations’, *Jom*, vol. 58, pp. 41–48, 2006.
- [99] M. Vandamme and F.-J. Ulm, ‘Viscoelastic solutions for conical indentation’, *Int. J. Solids Struct.*, vol. 43, pp. 3142–3165, May 2006.
- [100] X. Li and B. Bhushan, ‘A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications’, *Mater. Charact.*, vol. 48, pp. 11–36, 2002.
- [101] B. Tang and A. H. W. Ngan, ‘Accurate measurement of tip–sample contact size during nanoindentation of viscoelastic materials’, *J. Mater. Res.*, vol. 18, pp. 1141–1148, 2003.
- [102] L. Anand and N. Ames, ‘On modeling the micro-indentation response of an amorphous polymer’, *Int. J. Plast.*, vol. 22, pp. 1123–1170, Jun. 2006.
- [103] J. Shen, D. J. Green, R. E. Tressler and D. L. Shelleman, ‘Stress relaxation of a soda lime silicate glass below the glass transition temperature’, *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 324, pp. 277–288, Sep. 2003.
- [104] S. A. Hackney, K. E. Aifantis, A. Tangtrakarn and S. Shrivastava, ‘Using the Kelvin–Voigt model for nanoindentation creep in Sn-C/PVDF nanocomposites’, *Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, pp. 1161–1166, Oct. 2012.
- [105] A. H. W. Ngan, H. T. Wang, B. Tang and K. Y. Sze, ‘Correcting power-law viscoelastic effects in elastic modulus measurement using depth-sensing indentation’, *Int. J. Solids Struct.*, vol. 42, pp. 1831–1846, Mar. 2005.
- [106] G. Kermouche, J. L. Loubet and J. M. Bergheau, ‘Cone indentation of time-dependent materials: The effects of the indentation strain rate’, *Mech. Mater.*, vol. 39, pp. 24–38, Jan. 2007.
- [107] J. Lemaître and J. L. Chaboche, ‘*Mécanique des matériaux solides*’, Éd. Dunod. Paris, 1988.
- [108] K. L. Johnson, ‘The correlation of indentation experiments’, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 18, pp. 115–126, 1970.
- [109] W.-B. Li, J. L. Henshall, R. M. Hooper and K. E. Easterling, ‘The mechanisms of indentation creep’, *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, pp. 3099–3110, 1991.
- [110] H. J. Frost and M. F. Ashby, ‘*Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*’. Pergamon press, 1982.

- [111] S. N. G. Chu and J. C. M. Li, 'Impression creep; a new creep test', *J. Mater. Sci.*, vol. 12, pp. 2200–2208, 1977.
- [112] R. Mahmudi, A. R. Geranmayeh and A. Rezaee-Bazzaz, 'Impression creep behavior of cast Pb–Sb alloys', *J. Alloys Compd.*, vol. 427, pp. 124–129, Jan. 2007.
- [113] F. Yang, J. C. M. Li and C. W. Shih, 'Computer simulation of impression creep using the hyperbolic sine stress law', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 201, pp. 50–57, 1995.
- [114] R. Mahmudi, A. Rezaee-Bazzaz and H. R. Banaie-Fard, 'Investigation of stress exponent in the room-temperature creep of Sn–40Pb–2.5 Sb solder alloy', *J. Alloys Compd.*, vol. 429, pp. 192–197, 2007.
- [115] A. Akbari-Fakhrabadi, R. Mahmudi, A. R. Geranmayeh and M. Jamshidijam, 'Impression creep behavior of a Cu–6Ni–2Mn–2Sn–2Al alloy', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 535, pp. 202–208, Feb. 2012.
- [116] L. Peng, F. Yang, J.-F. Nie and J. C. M. Li, 'Impression creep of a Mg–8Zn–4Al–0.5Ca alloy', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 410–411, pp. 42–47, Nov. 2005.
- [117] T. H. Hyde and W. Sun, 'Evaluation of conversion relationships for impression creep test at elevated temperatures', *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 86, pp. 757–763, Nov. 2009.
- [118] J. C. Li, 'Impression creep and other localized tests', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 322, pp. 23–42, 2002.
- [119] J. Frech-Baronet, L. Sorelli and J.-P. Charron, 'New evidences on the effect of the internal relative humidity on the creep and relaxation behaviour of a cement paste by micro-indentation techniques', *Cem. Concr. Res.*, vol. 91, pp. 39–51, Jan. 2017.
- [120] B. Qiang, J. Greenleaf, M. Oyen and X. Zhang, 'Estimating material elasticity by spherical indentation load-relaxation tests on viscoelastic samples of finite thickness', *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 58, pp. 1418–1429, Jul. 2011.
- [121] J. M. Mattice, A. G. Lau, M. L. Oyen and R. W. Kent, 'Spherical indentation load-relaxation of soft biological tissues', *J. Mater. Res.*, vol. 21, pp. 2003–2010, Aug. 2006.
- [122] P. Baral, G. Guillonneau, G. Kermouche, J.-M. Bergheau and J.-L. Loubet, 'Theoretical and experimental analysis of indentation relaxation test', *J. Mater. Res.*, vol. 32, pp. 2286–2296, Jun. 2017.
- [123] C. Y. Zhang, Y. W. Zhang, K. Y. Zeng, L. Shen and Y. Y. Wang, 'Extracting the elastic and viscoelastic properties of a polymeric film using a sharp indentation relaxation test', *J. Mater. Res.*, vol. 21, pp. 2991–3000, Dec. 2006.

- [124] W. Z. Yan, and Z. F. Yue, Determination of creep parameters of materials by indentation load relaxation approach. In : Advanced Materials, Mechanical and Structural Engineering: Proceedings of the 2nd International Conference of Advanced Materials, Mechanical and Structural Engineering (AMMSE 2015), Je-ju Island, South Korea, September 18-20 2015. CRC Press, p. 29, 2016.
- [125] S.-P. Hannula, D. Stone and C.-Y. Li, ‘Determination of Time-Dependent Plastic Properties of Metals by Indentation Load Relaxation Techniques’, MRS Online Proc. Libr. Arch., vol. 40, Jan. 1984.
- [126] V. Lepingle, G. Louis, D. Allué, B. Lefebvre and B. Vandenberghe, ‘Steam oxidation resistance of new 12%Cr steels: Comparison with some other ferritic steels’, Corros. Sci., vol. 50, pp. 1011–1019, Apr. 2008.
- [127] D. Dugre, J.C. Vaillant, F. Pellicani and M. Julien, ‘THE P91 BOOK - Ferritic Pipe for High Temperature use in Boilers and petrochemical applications’, Publ. Vallourec Industries, 1992.
- [128] J. Arndt, F. Deshayes, W. Bendick, J.C. Vaillant, G. Kottmann and K. Haarmann, ‘The T23/T24 Book’, Vallourec & MannesmannTubes, 1998.
- [129] M. Caubo and J. Mathonet, ‘Caractéristiques et applications industrielles d’une nuance d’acier à 9% Cr-2% Mo-V-Nb pour tubes de surchauffeur’, Rev. Metall., vol. 66, pp. 345–360, 1969.
- [130] Z. Ma, S. Long, Y. Pan and Y. Zhou, ‘Loading rate sensitivity of nanoindentation creep in polycrystalline Ni films’, J. Mater. Sci., vol. 43, pp. 5952–5955, Sep. 2008.
- [131] Y. Ma, J. H. Ye, G. J. Peng, D. H. Wen and T. H. Zhang, ‘Nanoindentation study of size effect on shear transformation zone size in a Ni–Nb metallic glass’, Mater. Sci. Eng. A, vol. 627, pp. 153–160, Mar. 2015.
- [132] Z. Cao, P. Li, H. Lu, Y. Huang, Y. Zhou and X. Meng, ‘Indentation size effects on the creep behavior of nanocrystalline tetragonal Ta films’, Scr. Mater., vol. 60, pp. 415–418, Mar. 2009.
- [133] S. S. Wang, D. L. Peng, L. Chang and X. D. Hui, ‘Enhanced mechanical properties induced by refined heat treatment for 9Cr–0.5Mo–1.8W martensitic heat resistant steel’, Mater. Des., vol. 50, pp. 174–180, Sep. 2013.
- [134] A. K. Ray et al., ‘Creep rupture analysis and remaining life assessment of 2.25Cr–1Mo steel tubes from a thermal power plant’, Mater. Sci. Eng. A, vol. 454–455, pp. 679–684, Apr. 2007.

- [135] S.-H. Song, J. Wu, X.-J. Wei, D. Kumar, S.-J. Liu and L.-Q. Weng, 'Creep property evaluation of a 2.25Cr-1Mo low alloy steel', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, pp. 2398–2403, Apr. 2010.
- [136] K. Laha, K. S. Chandravathi, K. B. S. Rao, S. L. Mannan and D. H. Sastry, 'Prediction of creep deformation and rupture behaviour of 2.25 Cr–1Mo weld joint', *Int. J. Press. Vessels Pip.*, vol. 77, pp. 761–769, 2000.
- [137] K. Kimura, H. Kushima and K. Sawada, 'Long-term creep deformation property of modified 9Cr–1Mo steel', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 510–511, pp. 58–63, Jun. 2009.
- [138] K. Sasaki, K. Ohguchi and A. Takita, 'A Method to Evaluate Creep Properties of Solder Alloys Using Micro Indentation', in *From Creep Damage Mechanics to Homogenization Methods*, vol. 64, H. Altenbach, T. Matsuda, and D. Okumura, Eds. Cham: Springer International Publishing, pp. 335–356, 2015.
- [139] M. Felsen and J. Tortel, 'Creep under variable stress-creep under increasing stress-creep during relaxation', in *Annales de chimie-science des matériaux*, 1981, vol. 6, pp. 140–149.
- [140] D. Stone, H. Wilson, R.-C. Kuo and C.-Y. Li, 'A comparison of load relaxation, tensile, and creep data of Al-Mg alloys in the range of alloy-class creep behavior', *Scr. Metall.*, vol. 21, pp. 1559–1563, 1987.
- [141] D. Woodford and R. Swindeman, 'Creep strength evaluation of serviced and rejuvenated T91 using the stress relaxation method', *Fourth Int. Conf. on 'Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, EPRI'*, Hilton Head, South Carolina., Vol. 21, 2004.
- [142] A. I. Taub and F. E. Luborsky, 'Creep, stress relaxation and structural change of amorphous alloys', *Acta Metall.*, vol. 29, pp. 1939–1948, 1981.
- [143] T. Sakthivel, S. P. Selvi and K. Laha, 'An assessment of creep deformation and rupture behaviour of 9Cr-1.8W-0.5Mo-VNb (ASME grade 92) steel', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 640, pp. 61–71, Jul. 2015.
- [144] L. Falat, M. Svoboda, A. Výrostková, I. Petryshynets and M. Sopko, 'Microstructure and creep characteristics of dissimilar T91/TP316H martensitic/austenitic welded joint with Ni-based weld metal', *Mater. Charact.*, vol. 72, pp. 15–23, Oct. 2012.
- [145] R. L. Klueh, 'Elevated temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors', *Int. Mater. Rev.*, vol. 50, pp. 287–310, Oct. 2005.
- [146] N. M. Everitt, M. I. Davies and J. F. Smith, 'High temperature nanoindentation – the importance of isothermal contact', *Philos. Mag.*, vol. 91, pp. 1221–1244, Mar. 2011.

[147] S. Spigarelli, E. Cerri, P. Bianchi and E. Evangelista ‘Interpretation of creep behaviour of a 9Cr–Mo–Nb–V–N (T91) steel using threshold stress concept’, *Mater. Sci. Technol.*, vol. 15, pp. 1433–1440, 1999.