

Mémoire présenté pour l'obtention de
L'Habilitation à Diriger des Recherches
De l'Université de Lille 1

Discipline : sciences physiques

L'apport de l'étude des surfaces à la compréhension du comportement des matériaux à l'échelle macroscopique

Ingrid Proriol Serre

Chargée de recherche CNRS

Unité Matériaux et Transformations

Equipe Métallurgie Physique et Génie des Matériaux

CNRS UMR 8207 - Université des Sciences et Technologies de Lille

Soutenue le jeudi 18 février 2010

Alexandre LEGRIS, Professeur, Université Lille 1 Sciences et Technologies (Président du jury)

Jaroslav POLAK, Professeur, Academy of Sciences of the Czech Republic (Rapporteur)

Rose-Noëlle VANNIER, Professeur, Ecole Nationale Supérieure de Chimie Lille (Rapporteur)

Michel VILASI, Professeur, Université Nancy 1 (Rapporteur)

Jean-Marc OLIVE, CR CNRS HDR, Université Sciences et Technologies Bordeaux 1

Jean-Bernard VOGT, Professeur, Ecole Nationale Supérieure de Chimie Lille (Directeur de Recherche de l'HDR)

PREFACE	7
INTRODUCTION	9
RÉFÉRENCES	14
EXPERIENCE DE RECHERCHE, D'ENSEIGNEMENT ET D'ENCADREMENT	17
DEFORMATION PLASTIQUE ETUDIEE ET QUANTIFIEE PAR DES ANALYSES EN MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE.....	25
INTRODUCTION.....	27
LA MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE.....	27
<i>Le principe</i>	28
<i>Le principe de fonctionnement de l'AFM</i>	29
<i>Les différents modes</i>	31
<i>Le mode intermittent</i>	32
<i>La résolution et les limites des mesures AFM</i>	33
<i>Exploitation des résultats AFM</i>	35
<i>Le MFM : microscope à force atomique en mode magnétique</i>	36
UTILISATION DE L'AFM POUR L'ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT ET DE LA DEFORMATION PLASTIQUE DES MATERIAUX METALLIQUES	38
ETUDE PAR AFM DU RELIEF CREE EN SURFACE SUITE A UNE DEFORMATION PLASTIQUE MONOTONE OU CYCLIQUE D'ACIERS AUSTENO-FERRITIQUES.....	41
<i>Introduction</i>	41
<i>Les matériaux étudiés</i>	41
<i>Les expériences mises en oeuvre</i>	42
<i>Relief créé en surface suite à une déformation plastique monotone</i>	43
<i>Relief créé en surface suite à une déformation plastique cyclique</i>	46
COMPREHENSION DU ROLE DES DIFFERENTES PHASES D'UN ACIER DUPLEX DANS L'ACCOMMODATION DE LA PLASTICITE A PARTIR D'ANALYSES AFM	52
<i>Sollicitation monotone</i>	52
<i>Sollicitation cyclique</i>	55
QUANTIFICATION DE LA DEFORMATION PLASTIQUE IRREVERSIBLE A PARTIR D'ANALYSES AFM.....	59
<i>Expériences et analyses AFM effectuées</i>	60
<i>Calcul de la quantification de la déformation plastique cyclique accommodée par l'austénite</i>	62
<i>Résultats</i>	65
CONCLUSION.....	66
REFERENCES	67
FRAGILISATION PAR LES METAUX LIQUIDES ETUDIEE A PARTIR DE L'ESSAI SMALL PUNCH TEST.....	71
INTRODUCTION.....	73
<i>Fragilisation par les Métaux Liquides (FML)</i>	73
<i>Endommagement Accélééré par les Métaux Liquides (EAML)</i>	76
<i>Modèles expliquant la FML et l'EAML</i>	77
L'ESSAI SMALL PUNCH TEST ET L'ADAPTATION A DES ESSAIS EN METAUX LIQUIDES.....	81
<i>L'essai Small Punch Test</i>	81
<i>Adaptation de l'Essai Small Punch Test à des essais en milieu liquide</i>	83
PERTINENCE DE L'ESSAI SMALL PUNCH TEST POUR L'ETUDE DE LA FML.....	85
<i>Résultats des essais de SPT menés à 300°C en présence de LBE et à l'air</i>	86
<i>Discussion</i>	89
APPORT DE L'ESSAI SMALL PUNCH TEST A L'ETUDE DE LA FRAGILISATION PAR LES METAUX LIQUIDES ET A CELLE DE L'ENDOMMAGEMENT ACCELERE PAR LES METAUX LIQUIDES	93
<i>Conditions d'apparition de la FML ou d'un EAML par l'eutectique Plomb-Bismuth pour l'acier T91 et l'acier inoxydable 316L</i>	94
<i>Etude de la tenue de joints soudés en milieu métal liquide</i>	105
<i>Fragilisation par les Métaux Liquides de matériaux ductiles</i>	111
CONCLUSION.....	114
RÉFÉRENCES	114

INFLUENCE DES PROPRIETES DE SURFACE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE EN PRESENCE DE METAL LIQUIDE	121
INTRODUCTION	123
INFLUENCE DE LA NATURE DE LA COUCHE D'OXYDE	123
<i>Protocole expérimental</i>	124
<i>Résultats et discussions</i>	125
INFLUENCE DE LA PRESENCE D'UN DEPOT	126
<i>Introduction et contexte de l'étude</i>	126
<i>Les différents dépôts développés à l'université de Nancy et leurs caractérisations</i>	128
<i>Résultats des essais de SPT à l'air et en LBE</i>	129
<i>Discussion</i>	142
RÉFÉRENCES.....	143
APPORT DES ANALYSES DE SURFACE A LA COMPREHENSION DES PHENOMENES DE PLASTICITE ASSISTEE PAR METAL LIQUIDE.....	145
INTRODUCTION	147
MATERIAU ETUDIE : L'ACIER 316L EN CONTACT AVEC LE GALLIUM LIQUIDE	149
ESSAIS DE FLEXION 4 POINTS SUR EPROUVETTES MINIATURES ENTAILLEES	151
<i>Essai et protocole expérimental</i>	151
<i>Résultats des essais de flexion</i>	153
ANALYSE DES SURFACES ET DISCUSSION.....	154
REFERENCES.....	157
PERSPECTIVES	161
ANNEXE	167
CURRICULUM VITAE	169
<i>Formation et expériences professionnelles</i>	169
<i>Enseignement, formation et diffusion de la culture scientifique</i>	170
<i>Production scientifique</i>	174
<i>Collaborations universitaires et industrielles</i>	192
<i>Responsabilités collectives et administratives</i>	194

Préface

Ce mémoire a été écrit en vue de l'obtention de l'Habilitation à Diriger des Recherches (HDR) de l'Université de Lille 1. Les travaux présentés s'appuient sur mes activités de recherche, menées en tant que Chargée de Recherche CNRS au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)¹ entre 2003 et 2009. Dans cette période, j'ai focalisé mon travail sur deux aspects : l'étude de l'accommodation de la déformation plastique d'aciers duplex à partir d'analyses en microscopie à force atomique, et l'étude du comportement mécanique des matériaux en présence de métaux liquides.

Dans ce mémoire, je présente, à travers différentes approches, l'intérêt de l'étude des surfaces pour comprendre le comportement mécanique, à l'échelle macroscopique, du matériau. Trois aspects sont abordés :

- l'étude du comportement mécanique d'aciers à partir d'observations et d'analyses de la surface par microscopie à force atomique,
- l'étude du comportement mécanique de matériaux en présence de métal liquide par des essais mécaniques adaptés, en particulier par l'essai Small Punch Test en métal liquide,
- l'influence de la surface sur le comportement macroscopique de matériaux.

¹ Depuis le 1^{er} janvier 2010, le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux n'existe plus. La majorité de ses membres fait partie de l'Unité Matériaux et Transformations (UMR CNRS 8207) qui est la réunion de différentes équipes de l'université de Lille 1, travaillant sur les matériaux et leurs transformations.

Introduction

« *Gott schuf das Volumen, der Teufel die Oberfläche* »¹ : cette remarque de Wolfgang Pauli n'incite guère à l'étude des surfaces des matériaux qui, de plus, correspondent à une infime partie de ceux-ci. C'est pourtant sur l'apport de l'étude des surfaces à la compréhension du comportement global du matériau, que porte cette Habilitation à Diriger des Recherches.

La surface est en quelque sorte le lien entre le matériau et son environnement. Elle a le plus souvent une fonction vis-à-vis de cet environnement : fonction mécanique (usure, adhérence), fonction protectrice (corrosion, barrière vis-à-vis des dégâts d'irradiation), barrière thermique ou acoustique, fonction esthétique... Ainsi, la durée de vie d'une pièce va être directement liée, non seulement à la tenue globale du matériau, mais aussi à la capacité de la surface à assumer dans le temps sa fonction.

La surface du matériau est souvent modifiée lors de sa sollicitation à cœur. Le comportement et les caractéristiques du matériau à cœur ont ainsi une action directe sur l'évolution, voire l'endommagement de la surface et donc, sur les fonctions de la surface. Si on applique à un matériau métallique une déformation plastique monotone ou cyclique, il va apparaître une rugosité de surface, qui pourra interagir avec l'environnement. Ainsi dans le cas d'acier duplex (composé d'austénite et de ferrite), l'accommodation cyclique de la déformation plastique provoque la formation d'un endommagement de surface différent au niveau des deux phases. Cette différence est révélatrice de contributions différentes de l'austénite et de la ferrite au comportement global du matériau [Vog01, Sal08]. C'est pourquoi, lorsque le comportement en cœur du matériau provoque une évolution des caractéristiques de la surface, au delà de ses propriétés propres, l'étude de la surface est pertinente pour accéder aux propriétés du matériau. De plus, sauf dans le cas de matériaux transparents, la surface est la seule partie d'une pièce que, spontanément, on peut observer. A ce stade, on peut s'interroger sur les moyens d'observation et d'analyse des surfaces. Dans le cas des matériaux métalliques, la microscopie optique (MO), puis la microscopie électronique à balayage (MEB) sont les moyens d'investigation les plus communs. Cependant, si elles permettent l'observation de larges surfaces, les analyses sont limitées par leur résolution. De plus, aucune mesure quantitative ne peut être faite de l'évolution de la rugosité de la surface qui est un indicateur de la déformation plastique et de l'endommagement

¹« *Dieu a créé la matière, et le diable la surface* »

du matériau. La préparation d'échantillons pour des analyses par microscopie électronique à transmission (MET) de la surface des matériaux est extrêmement délicate et fait appel à l'élaboration de répliques. Ainsi, le MET, qui permet une analyse très locale des matériaux, n'apparaît pas comme une méthode d'investigation des surfaces. La microscopie à force atomique (AFM) permet d'obtenir la topographie d'une surface, relativement importante (50*50 micromètres) avec une résolution verticale inférieure au nanomètre et une résolution latérale de 80 nanomètres voire moins. Plus précise que la profilométrie, l'AFM apparaît depuis quelques années comme un moyen pertinent d'investigation et d'analyse des évolutions des surfaces sous sollicitation mécanique.

Sous sollicitation cyclique ou dans le cas de sollicitations couplées mécanique et corrosion, le comportement mécanique du matériau n'est plus exclusivement dicté par le comportement du matériau à cœur mais aussi par celui de la surface. L'amorçage des fissures sous sollicitation cyclique (fissures de fatigue) a presque, en effet, toujours lieu, dans le cas des matériaux métalliques, en surface ou éventuellement à une discontinuité proche de la surface (précipité, oxyde, interface entre deux couches de duretés différentes...). Ainsi, suivant l'environnement, une fois la fissure formée, la tenue du matériau ne sera plus gouvernée exclusivement par les caractéristiques globales du matériau, mais aussi par les interactions entre le matériau et l'environnement et donc par les phénomènes de surface. L'étude d'aciers ferrito-bainitiques à l'air et sous vide montre qu'une atmosphère oxydante réduit la durée de vie du matériau [Leo01]. En effet, du fait de la présence d'oxygène, se forme à la surface de l'acier une couche d'oxyde, fragile et fissurable qui contribue à engendrer des fissures dans l'acier et donc à limiter sa durée de vie. Dans le cas de l'étude de la tenue de l'acier martensitique T91 en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth liquide, il a été montré qu'une fragilisation par les métaux liquides, autrement dit une transition ductile/fragile, a lieu sous sollicitation monotone dans certaines conditions [Leg00, Nic01]. Le mécanisme impliqué dans cette fragilisation est basé sur la réduction de l'énergie de surface induite par l'adsorption d'atomes de métal liquide, c'est-à-dire sur des conditions de mouillage de l'acier (sans son oxyde natif) par le métal liquide. La présence de l'eutectique Plomb-Bismuth liquide provoque aussi une diminution de la durée de vie en fatigue de l'acier T91 par comparaison avec la tenue du matériau à l'air [Ver05, Ver06]. Cette chute en terme de durée de vie du matériau est associée à une modification des mécanismes de germination-croissance des fissures courtes de fatigue,

notamment par suppression, en présence de métal liquide, de l'efficacité des barrières microstructurales. Ainsi, que ce soit sous sollicitation monotone ou cyclique, la tenue globale de l'acier T91 dans le métal liquide Plomb-Bismuth est gouvernée par le comportement de sa surface en contact avec le liquide. Plus que l'étude globale du matériau par des essais avec des éprouvettes standards de traction ou de fatigue, c'est l'analyse du comportement en surface du matériau qui doit être étudiée par des essais adaptés.

Le sujet de ce mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches est donc l'apport de l'étude du comportement de la surface du matériau à la connaissance et à la compréhension de la tenue, à l'échelle macroscopique, du matériau. Trois aspects seront abordés :

- l'étude du comportement mécanique d'aciers à partir d'observations et d'analyses de la surface par microscopie à force atomique,
- l'étude du comportement mécanique de matériaux en présence de métal liquide par des essais mécaniques adaptés, en particulier par l'essai Small Punch Test en métal liquide,
- l'influence de la surface sur le comportement global de matériaux.

Dans le premier chapitre, je présenterai mes différentes activités de recherches ainsi que les collaborations scientifiques et industrielles auxquelles je participe. Puis, je m'attacherai à présenter non seulement mes activités d'enseignement mais aussi celles d'encadrement de stagiaires et thésards.

Le second chapitre traite de l'apport des observations et des analyses en microscopie à force atomique à la compréhension de l'accommodation de la plasticité monotone ou cyclique d'aciers.

Dans le troisième chapitre, je discuterai la pertinence de l'essai Small Punch Test pour l'étude de la Fragilisation par les Métaux Liquides (FML), phénomène dépendant des conditions d'interface, entre les matériaux étudiés et le métal liquide. Le quatrième chapitre sera consacré à l'influence des caractéristiques de la surface d'un acier sur le risque de fragilisation par le métal liquide, eutectique Plomb-Bismuth : influence de l'oxyde de surface, influence de la présence de différents dépôts.

Le cinquième chapitre présentera l'apport des analyses de surface à la compréhension des phénomènes d'endommagement accéléré par la présence de métal liquide.

Enfin, je donnerai les perspectives que je vois à ces activités de recherches.

Références

- [Leg00] Legris A., Nicaise G., Vogt J-B., Foct J., Gorse D., Vançon D., Embrittlement of a martensitic steel by liquid lead, *Scripta Materialia* 43, 997-1001, 2000
- [Leo01] Leon Sosa J.B., Analyse du comportement en fatigue oligocyclique à chaud d'aciers 10CD9-10 : influence de la microstructure et de l'environnement, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2001
- [Nic01] Nicaise G., Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2001
- [Sal08] Salazar D., Etude du partage de la plasticité cyclique d'un acier duplex par microscopie à force atomique, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2008
- [Ver05] Verleene A., Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2005
- [Ver06] Verleene A., Vogt J-B., Serre I., Legris A., Low cycle fatigue behaviour of T91 martensitic steel at 300°C in air and liquid lead bismuth eutectic, *International Journal of Fatigue* 28, 843-851, 2006
- [Vog01] Vogt J-B., Fatigue properties of high nitrogen steels, *Journal of materials processing technology* 117, 364-369, 2001

**Expérience de recherche,
d'enseignement et
d'encadrement**

Dans ce chapitre, après avoir présenté mon parcours professionnel dans le monde de la recherche, je vais développer plus longuement mon expérience en terme d'enseignement et d'encadrement, et montrer l'importance que j'y attache. Le détail de mon *curriculum vitae* se situe en annexe.

J'ai préparé conjointement mon diplôme d'ingénieur du Centre d'Etudes Supérieures des Techniques Industrielles (actuellement Supméca - Institut Supérieur de Mécanique de Paris) et mon Diplôme d'Etudes Approfondies « Procédés de fabrication, option enlèvement de matière », à l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Paris. Au cours de mon stage de DEA, j'ai commencé mes travaux de recherche par une étude sur la compréhension de la formation de copeaux dans l'équipe Tribologie du Laboratoire d'Ingénierie des Structures et des MATériaux (LISMA - Saint-Ouen).

De 1997 à 2000, sous la direction de Ky Dang Van, j'ai préparé ma thèse de doctorat au sein du Centre Technique d'Arcueil, établissement de la Direction Générale à l'Armement, et au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS, UMR CNRS 7649, Palaiseau) sur l'étude des phénomènes d'usure sous frottement en milieu marin.

L'objectif a été de définir et développer une méthodologie et des moyens pour l'étude de la dégradation et de l'usure de pièces soumises à des sollicitations de frottement en milieu corrosif. La méthodologie développée a permis ensuite d'étudier le comportement de couples de matériaux particuliers vis-à-vis des phénomènes de tribo-corrosion. Une démarche expérimentale et une approche de simulation ont été menées conjointement, permettant une corrélation entre les résultats des essais et la simulation développée. Des essais de tribo-corrosion, configuration de contact plan / plan, ont été développés ; une instrumentation pour la mesure de grandeurs électrochimiques et mécaniques a été mise en place et validée. Ces essais permettent l'étude des modes et des processus de dégradation de pièces en contact sous frottement en milieu marin. La simulation numérique mise en place a pour objet la modélisation de l'évolution de l'usure d'origine mécanique au cours du temps. Elle a entraîné le développement d'un code de calcul spécifique basé sur l'utilisation des éléments de frontière, méthode adaptée pour prendre en compte les évolutions de surface. L'usure sous frottement en milieu marin artificiel a été étudiée, avec les moyens développés, pour les couples de matériaux graphite et Ti6Al4V, graphite et Ti6Al4V renforcé TiC. Un transfert de graphite sur le disque à base de Ti6Al4V et ses conséquences sur les caractéristiques du contact et sur l'usure

des matériaux ont été analysés. Une perte de matière de l'antagoniste en graphite a été observée et les processus d'enlèvement de matière d'origine mécanique ont été caractérisés. Selon le potentiel électrochimique, différents types de dégradation de l'antagoniste en alliage de titane ont été analysés et expliqués en relation avec l'étude des conditions électrochimiques particulières au niveau du contact. L'importance des conditions d'essai, notamment la durée de l'essai et la configuration de contact (plan/plan, pion/disque), a été mise en évidence.

De 2000 à 2002, Attachée Temporaire d'Enseignement et de Recherche à l'université de Rennes 1 et au Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de Rennes 1, (LARMAUR UPRES-JE 2310), j'ai travaillé sur l'étude du comportement sous indentation de verres spéciaux (verres de chalcogénures) et sur la mise au point d'essais d'indentation à chaud.

Il s'agissait d'étudier le comportement mécanique de verres composés de Sélénium et Germanium, utilisés en optique. L'étude de la relation entre la dureté et le temps de maintien de la charge a montré un comportement viscoélastique de ces verres, se décomposant en une composante élastique et en une composante visqueuse fortement non newtonienne. De plus, l'analyse de l'endommagement par microscopie optique et microscopie à force atomique après essais (géométrie d'empreinte, réseau de fissuration) a permis de développer une relation entre l'endommagement et, la charge appliquée, la composition du verre et donc son arrangement atomique.

Depuis octobre 2002, je suis Chargée de Recherche au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)¹ dans l'équipe propriétés mécaniques et effets d'environnement, animée par le Professeur J-B. Vogt. Mon travail porte sur l'étude multi-échelles de l'endommagement des matériaux sous sollicitation mécanique couplée à l'effet de l'environnement. Il s'agit d'observer et d'analyser les comportements des matériaux métalliques et de comprendre leur endommagement à l'échelle macroscopique (contrainte mécanique imposée, déformation de l'éprouvette), à l'échelle microscopique (fissuration, microstructure, couche d'oxydation...) et à l'échelle mésoscopique (dislocations, bandes de glissement, extrusions, énergie de surface ...). Mon travail se focalise sur deux

¹ Depuis le 1^{er} janvier 2010, le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux n'existe plus. La majorité de ses membres fait partie de l'Unité Matériaux et Transformations (UMR CNRS 8207) qui est la réunion de différentes équipes de l'université de Lille 1, travaillant sur les matériaux et leurs transformations.

aspects : l'étude de la déformation plastique d'aciers à partir d'analyses AFM (microscopie à force atomique), et l'étude du comportement des matériaux en présence de métaux liquides. Ce travail de recherche amont est effectué pour une très grande part sur des matériaux de structure (aciers commercialisés polycristallins) en lien avec des applications industrielles et sur contrats de recherches ou industriels :

- GdR GEDEPEON : GEStion des DEchets et Production d'Energie par des Options Nouvelles
- Projet MEGAPIE : MEGAwatt Pilot Experiment
- MEGAPIE TEST : MEGAwatt Pilot Experiment (5^{ème} PCRD)
- EUROTRANS : EUROpean Research Programme for the TRANSmutation of High Level Nuclear Waste in an Accelerator Driven (6^{ème} PCRD)
- GETMAT : Gen IV and Transmutation MATerials (7^{ème} PCRD)
- EdF : Electricité de France
- Creusot Loire industries

Notre participation au GdR GEDEPEON ainsi que notre implication dans les contrats européens (5, 6, et 7^{èmes} PCRD) nous ont donné l'opportunité de développer des collaborations avec différents laboratoires français ou européens :

- Institut Jean Lamour, UMR CNRS 7198, Université de Nancy
- Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux, UMR CNRS 8579 (Ecole Centrale Paris) et laboratoire des Solides irradiés, UMR CNRS 7642 (Ecole Polytechnique)
- Laboratoire d'Etude de Corrosion Non Aqueuse, CEA Saclay
- Paul Scherrer Institut, PSI - Vilingen (Suisse)
- Centre d'Etudes Nucléaires, CEN-SCK - Mol (Belgique)

Parallèlement à mes activités de recherche, je mène, en tant que Chargée de Recherche au CNRS, une forte activité d'enseignement (actuellement environ un demi service de maître de conférences par an) et ceci dans différents établissements : Ecole Nationale Supérieure de Chimie Lille (ENSCL), école universitaire d'ingénieurs Polytech'Lille, master de l'université de Lille 1, école d'Ingénieurs Catholique des Arts et Métiers (ICAM : en formation initiale et formation continue). Plus qu'une transmission de connaissances, notamment en corrosion, métallurgie et microscopie à force atomique, ces enseignements sont l'occasion de faire connaître aux étudiants quelques facettes de la recherche : aspects

multidisciplinaires de la recherche, recherche appliquée, importance de la recherche dans le domaine de la métallurgie par rapport à la durabilité des structures, importance des endommagements dûs aux sollicitations couplées mécanique-corrosion.

En marge de mes enseignements, que j'assure pour la plupart sous forme de cours, je participe ou assure l'encadrement d'étudiants : doctorants, stagiaires en master, stagiaires d'école d'ingénieur, étudiants 3^{ième} année de l'ENSCL dont j'encadre le projet. Les stages sont, soit en lien direct avec mes activités de recherche, soit ils portent sur des sujets d'expertise (question directement liée à un phénomène de métallurgie ou de corrosion) qui nous sont demandés par des industriels. Les stages de courte durée sont l'occasion de faire avancer des points précis d'une thématique, de répondre à une question précise, ou d'explorer une nouvelle idée.

Les stages et les thèses sont, avant tout, un temps de formation scientifique et technique pour les étudiants. Cependant, une large part du travail d'encadrement consiste en une formation à la méthodologie d'organisation du travail, de rédaction de rapport, d'exploitation et présentation de résultats.

Etant en lien avec les étudiants de l'ENSCL à travers le cours de corrosion, mais aussi à travers l'encadrement de leurs projets de troisième année (option matériaux), je suis la tutrice de certains d'entre eux lors de leur stage de fin d'année (suivi et visite du stagiaire en entreprise).

Enfin, une part de plus en plus importante de mon activité concerne l'organisation, la mise en place et le suivi d'actions ou de moyens de recherche : définition et choix de matériels scientifiques (microscope à force atomique), rédaction de projets de recherche (GDR GEDEPEON), définition des sujets de stage et de thèse, encadrement d'un technicien travaillant pour l'ensemble du laboratoire, responsabilité technique de moyens expérimentaux, organisation de manifestations scientifiques (membre du comité d'organisation du forum microscopie à sonde locale 2009), expert pour la Direction Générale de la Recherche et de l'Innovation (DGRI).

**Déformation plastique étudiée
et quantifiée par des analyses
en microscopie à force
atomique**

Introduction

Dans ce chapitre, je présente l'apport des analyses effectuées au microscope à force atomique (AFM) pour l'étude de la déformation plastique et de l'endommagement des matériaux sous sollicitation monotone et cyclique. L'utilisation de l'AFM a été développée au LMPGM pour l'observation et la quantification de l'endommagement et de la rugosité créés par la déformation plastique. En complément des observations au microscope électronique à balayage (MEB) et microscope électronique à transmission (MET), les analyses AFM doivent aider à une meilleure compréhension et localisation de la déformation plastique et de l'endommagement des matériaux, particulièrement des aciers biphasés.

Ces études ont été initiées à travers des projets de 3^{ième} année des étudiants de l'ENSCL, permettant de valider l'AFM comme moyen d'analyse de la déformation plastique. Ensuite, le travail s'est poursuivi par la thèse de Daniel Salazar [Sal08].

Je présenterai tout d'abord la microscopie à force atomique, son principe, ses applications, ses limites et son apport au niveau de l'étude de la déformation plastique d'alliages métalliques. Dans le cas d'aciers inoxydables duplex¹, à partir des analyses AFM, seront détaillées les différentes morphologies des rugosités de surface créées suite à une déformation plastique monotone et cyclique. Nous verrons comment l'analyse fine de la rugosité permet de comprendre l'apport de chacune des phases d'un acier duplex à l'accommodation de la plasticité. Enfin, je présenterai le critère développé permettant, à partir de mesures AFM, de quantifier localement la déformation plastique.

La microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique (AFM : Atomic Force Microscopy) est un instrument à sonde locale dont le principe repose sur la mesure ou la détection des forces interatomiques entre la surface de l'échantillon et une pointe très fine. Considéré comme une évolution du microscope à effet tunnel, l'AFM a été inventé, en 1986, par Binnig, Quate et Gerber. Utilisé initialement pour étudier la topographie des surfaces en contrôlant les différentes forces pouvant exister entre une pointe et une surface (forces magnétiques, forces électrostatiques, forces de

¹ Acier duplex : contenant 50 % d'austénite et 50 % de ferrite

friction ...), l'AFM permet d'imager différentes informations physiques ou chimiques des surfaces : propriétés mécaniques, tribologiques, magnétiques, électrostatiques etc. L'AFM qui permet l'analyse de tout type de matériaux à l'air, en milieu liquide ou sous atmosphère contrôlée, s'est très rapidement développé dans les laboratoires universitaires ou même en milieu industriel. De plus, si des images de surface à l'échelle atomique peuvent être obtenues par AFM, la majorité des travaux utilisant cette technique sont réalisés à l'échelle nanométrique ou même micrométrique.

Les principales applications de l'AFM en métallurgie sont l'étude de l'usure mécanique et des propriétés tribologiques des matériaux, la corrosion localisée des alliages métalliques, l'analyse et la quantification de la déformation plastique engendrée en surface.

Le principe

Le principe de fonctionnement de l'AFM repose sur la mesure et la détection de forces d'interaction (Van der Waals, de répulsion ionique, électrostatiques, de friction, magnétiques...) entre la pointe et la surface de l'échantillon (Figure 1). La pointe est placée à l'extrémité d'un levier souple (appelé microlevier ou *cantilever* en anglais) qui agit comme un ressort. La mesure de la déflexion et de la torsion du levier permet la mesure des forces entre la pointe et l'échantillon.

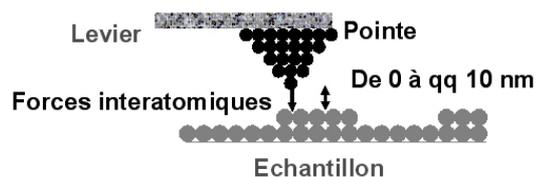


Figure 1 : principe de la microscopie à force atomique

La pointe balaye la surface en réalisant des déplacements aller-retour suivant une direction avec un incrément choisi dans la seconde direction du plan. Une cartographie d'une (ou de plusieurs) information sur la surface est générée ainsi par l'obtention de profils de cette information.

Le microscope à force atomique peut fonctionner de plusieurs manières distinctes suivant le type de force analysée. Les deux modes d'imagerie les plus utilisés pour obtenir la topographie de la surface par AFM sont le mode contact et le mode contact intermittent. L'AFM, utilisé en mode topographique, consiste en la génération d'une cartographie, à haute résolution, de la rugosité de la surface, ceci

en imposant généralement une interaction constante entre la pointe et la surface de l'échantillon (par exemple, effort de contact constant). Cependant, suivant la nature de la pointe, de l'échantillon et des efforts prépondérants entre la pointe et l'échantillon, c'est un grand nombre de données sur la physique et la chimie de la surface du matériau que l'on peut obtenir : on parle alors de MFM (Magnetic Force Microscopy), d'EFM (Electric Force Microscopy), de CFM (Chemical Force Microscopy)... Ainsi, en mode MFM, il est possible localement de différencier les domaines magnétiques des domaines amagnétiques (Figure 2). Contrairement aux domaines magnétiques, les domaines amagnétiques apparaissent comme des zones ayant une phase constante.

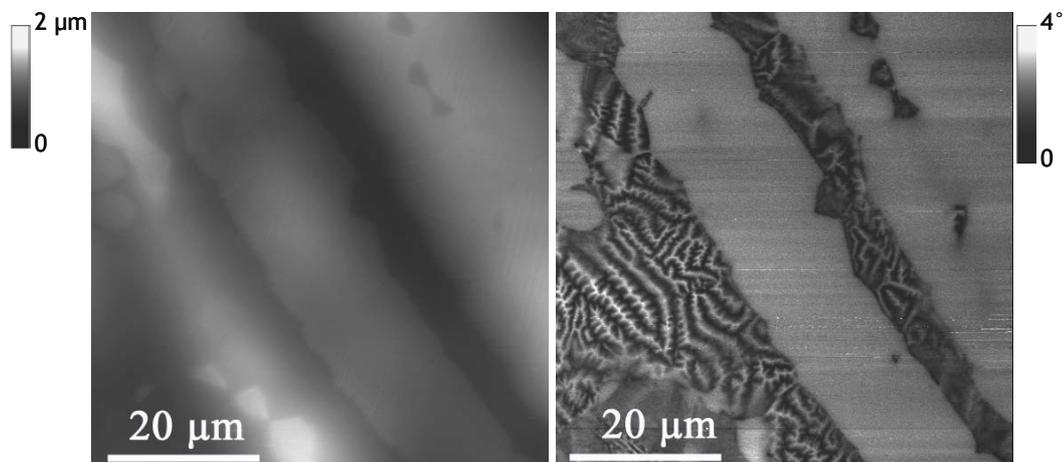


Figure 2 : image hauteur (à gauche) et de phase (à droite) d'un acier austéno-ferritique

Le principe de fonctionnement de l'AFM

Le principe de fonctionnement d'un AFM sera tout d'abord expliqué dans le cas du mode contact et dans le but d'obtenir une cartographie de la topographie de la surface. Dans ce mode, la pointe « touche » en permanence la surface. La pointe, grâce à un tube piézo-électrique (Figure 3), « balaye » la surface. Généralement (mode hauteur ou mode à force constante), on maintient constantes les forces entre pointe et échantillon lors de l'analyse. Cependant, du fait de l'évolution du relief en surface du matériau, des variations de force s'exerçant entre la pointe et la surface provoquent des variations de la déflexion du levier. Ces (faibles) variations, que l'on cherche à minimiser grâce à une boucle d'asservissement, sont en permanence détectées par un système optique constitué d'un laser et d'une photodiode. La mesure de la déflexion permet, par l'intermédiaire de la cale piézo-électrique de

faire évoluer, à tout moment, la position en hauteur de la pointe afin de maintenir les interactions pointe/échantillon constantes et donc de minimiser la variation inévitable des forces lors d'évolutions du relief.

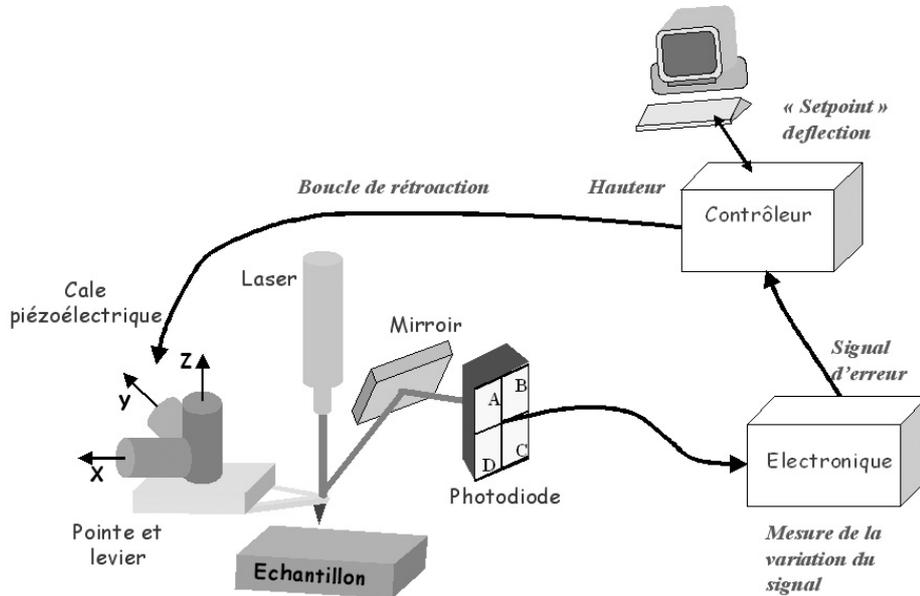


Figure 3 : principe de fonctionnement de l'AFM

Deux types d'image AFM sont obtenus : l'image « hauteur » et l'image du « signal d'erreur ». Les variations en hauteur de la pointe correspondent en première approximation au relief de l'échantillon. Elles servent donc à la construction de l'image topographique (Figure 4).

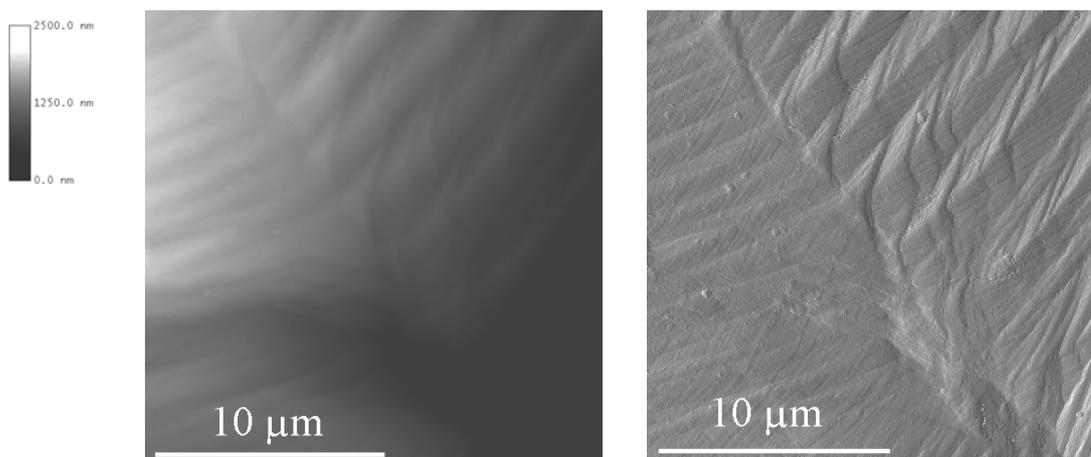


Figure 4 : déformation en surface d'une éprouvette d'acier inoxydable 316L après un essai de Small Punch Test : à gauche, l'image « hauteur » - à droite, « l'image erreur »

Aussi nommée image « dérivée », la seconde image reflète l'amplitude du signal recueilli au niveau du bras de levier, c'est-à-dire les variations des interactions pointe/échantillon. Elle donne des informations qualitatives sur l'évolution du relief de la surface (Figure 4).

Bien que les images hauteur obtenues par AFM contiennent plus d'informations que celles obtenues par microscopie électronique à balayage, elles apparaissent souvent moins nettes. Ceci n'est pas dû à un défaut de focalisation, mais au codage des hauteurs par niveaux de couleur.

Les différents modes

Les différents modes de l'AFM proviennent de la nature des interactions entre la pointe et la surface qui varient suivant la distance pointe/surface (Figure 5).

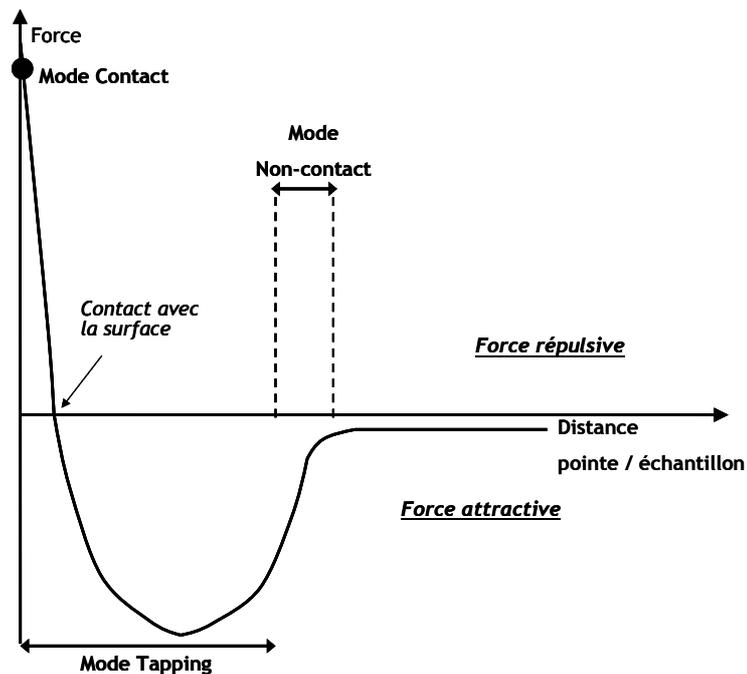


Figure 5 : évolution des forces suivant la distance entre la pointe et l'échantillon

Le mode contact

Dans ce mode, la pointe est en permanence en contact avec l'échantillon. Les forces d'interaction sont généralement répulsives, même si elles peuvent être attractives du fait des forces d'adhésion. Pour certains matériaux (polymères), l'usure et la déformation de la surface peuvent perturber voir fausser les mesures. Dans le cas de

matériaux comportant des particules très dures (aciers à structure martensitique après revenu), les différences d'interaction pointe/surface au niveau des particules modifient les conditions d'asservissement, et rendent donc difficile les analyses AFM.

Le mode résonant ou non-contact

Dans ce mode, on fait osciller le levier à sa fréquence de résonance, loin de la surface et avec une amplitude relativement faible. A fréquence d'excitation donnée, les modifications de l'amplitude des oscillations donnent des renseignements sur le gradient des forces d'interaction entre la pointe et la surface. Ce mode, peu utilisé et peu performant pour l'étude topographique de la surface, permet d'analyser les forces à longue portée telles les forces magnétiques ou électriques.

Le mode intermittent, plus souvent appelé mode « tapping » (Veeco)

Dans ce mode, les amplitudes d'oscillation sont plus grandes et la position moyenne de la pointe est plus proche de la surface. La pointe touche ponctuellement la surface, ce qui fait changer périodiquement le régime de force, entre le régime attractif et répulsif ; l'amplitude de vibration est fonction de la distance pointe/échantillon. Ce mode, qui permet de diminuer, par rapport au mode contact, les forces pointe/échantillon et donc l'usure et la déformation des surfaces et des pointes, est très utilisé pour l'étude topographique des surfaces. De manière générale, à l'air, les surfaces sont contaminées par une couche d'eau superficielle, qui ne perturbe pas les mesures en mode contact. En mode intermittent, il en va de même, la pointe ayant assez d'énergie pour vaincre la tension de surface de cette couche, du fait de sa grande amplitude d'oscillation.

Le déphasage entre l'excitation mécanique du levier et sa réponse en vibration peut être mesuré et correspond à une mesure de la dissipation énergétique de l'interaction pointe/échantillon. La mesure du déphasage permet d'obtenir les images de phase qui rendent compte d'hétérogénéités au niveau du matériau correspondant à des différences de propriétés viscoélastiques ou adhésives.

Le mode intermittent

En mode intermittent, la pointe oscille à une fréquence donnée, et la distance pointe/échantillon est asservie à amplitude d'oscillation constante (AFM par modulation d'amplitude). La « pointe + levier » se comporte comme un oscillateur harmonique soumis à un champ de force (du fait de son fort facteur de qualité).

Le mode résonant ou non contact (utilisé notamment en MFM) correspond à une interaction non dissipative, à faibles oscillations. On parle de mode résonant linéaire [Aig07]. Loin de la surface, la fréquence de résonance de l'oscillateur pointe + levier, f_0 , est décalée par les interactions pointe - échantillon. Une interaction attractive conduit à la diminution de la fréquence de résonance tandis qu'une interaction répulsive provoque une augmentation de celle-ci. La fréquence de résonance est donc caractéristique du gradient d'interaction entre la pointe et l'échantillon.

En mode tapping ou aussi appelé résonnant non-linéaire, la pointe vibre près de la surface et l'amplitude d'oscillation est importante. On observe alors une déformation du pic de résonance ; l'oscillateur est alors non linéaire mais les non linéarités n'entraînent pas d'anharmonicité de la réponse mais une dépendance de la réponse par rapport aux paramètres de commande : fréquence de travail, amplitude d'oscillation, distance pointe / échantillon.

La résolution et les limites des mesures AFM

En mode « topographie », excepté les réglages de la boucle de rétroaction qui dépendent des efforts entre la pointe et la surface analysée, les dimensions des pointes, les non-linéarités des photodiodes et des cales piézoélectriques, les vibrations extérieures et la dérive thermique constituent les principales limites de l'AFM en terme de résolution.

La non linéarité des photodiodes peut être minimisée en travaillant dans leur gamme de linéarité située entre -3 et +3 Volts (pour des diodes -10/+10 Volts). La relation entre le déplacement théorique et le déplacement vertical réel de la céramique piézoélectrique formant le « scanner » n'est pas linéaire. En effet, la céramique piézoélectrique présente une réponse sous forme d'hystérésis lorsqu'elle se déplace verticalement vers le haut (extension) puis vers le bas (rétraction). En plus des phénomènes de non-linéarité et d'hystérésis, la céramique est soumise à un phénomène de dérive verticale dans le temps. Afin de limiter cet effet, il convient de réaliser un « préchauffage » du scanner. Cette contrainte peut amener deux limitations dans l'utilisation de l'AFM : difficulté pour effectuer des mesures AFM ponctuelles et sans préchauffage lors de suivi de phénomènes physiques (corrosion, déformation d'échantillon), erreur dans la prise d'images sur une surface plus large que la précédente sans temps d'attente de stabilisation pour le scanner.

On s'intéresse plus particulièrement aux limites dues à la géométrie de la pointe (partie pointe et levier) : angles définissant la pointe, rayon de courbure de la pointe, raideur et fréquence de résonance du levier, forme du levier. En effet, ces limites sont les plus pénalisantes et engendrent les erreurs les plus courantes dans les mesures topographiques.

La géométrie de la pointe (angles définissant la géométrie de la pointe) peut provoquer des distorsions du relief en surface, dont les distances latérales (dans le plan, x-y) sont souvent les plus affectées (Figure 6d). En effet, pendant le trajet d'une pointe, au cours d'une ligne de balayage sur une marche abrupte (Figures 6a et 6b), il est possible de générer un élargissement et une déformation du contour de l'objet à cause de l'extension spatiale de la pointe. Cette dernière ressentira la marche avant que son apex ne soit à la verticale du bord de la marche. Le point de contact pointe/surface reste le bord de la marche jusqu'à ce que la pointe passe par la verticale de ce point, de sorte que l'image se fait avec les flancs de la pointe (effet de pointe). Ainsi, il n'est pas toujours possible de différencier une marche abrupte (Figure 6b), d'une marche qui l'est moins (Figure 6c).

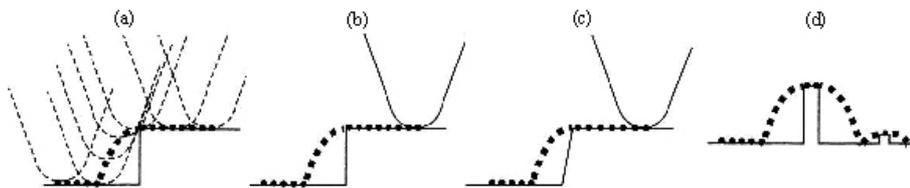


Figure 6 : géométrie observée par la pointe par rapport au profil réel de la surface

De plus, dans le cas de matériaux très rugueux, il faut utiliser une pointe non seulement assez fine mais aussi assez longue afin qu'elle puisse atteindre le fond des dépressions de la surface. Certaines dépressions de surface, par leur taille, leur profondeur ou leur orientation par rapport à la surface ne sont pas visibles ou complètement mesurables par AFM. C'est le cas, notamment, des intrusions (au pied des extrusions) créées sous sollicitation cyclique des alliages métalliques. De plus, l'inclinaison des extrusions par rapport à la surface ne permet pas une mesure correcte de leur épaisseur [Pol03].

Ainsi, à l'obtention d'une image topographique par AFM, il est important de vérifier la correspondance entre les profils obtenus et le relief réel de la surface, et de repérer les mesures qui, du fait de la géométrie de la pointe, seront erronées.

Au-delà de la géométrie de la pointe qui doit être la plus fine possible avec un rayon de courbure petit (inférieur à 30 nm pour la plupart des pointes et inférieur à 10 nm pour obtenir la résolution atomique), la raideur du levier, sa fréquence de résonance ainsi que sa forme sont trois paramètres importants.

En mode contact, la raideur doit être très faible (de l'ordre du 0,1 à 1 N/m), pour permettre la détection de faibles forces (10^{-9} à 10^{-11} N suivant le type d'échantillon) et donc de détecter les faibles variations topographiques. Cependant, la fréquence de résonance du levier doit être relativement élevée (10 à 100 kHz) afin de minimiser les vibrations mécaniques parasites. Pour l'obtention de mesures topographiques, on préfère l'utilisation de leviers en forme de V qui présentent une plus grande résistance aux forces latérales par rapport aux leviers de forme rectangulaire (levier barreau). La torsion du levier provoquée par les forces de friction peut, en effet entacher d'une erreur l'image topographique qui est mesurée à partir de la flexion du levier, qui doit résulter uniquement de la déflexion verticale du levier.

En mode intermittent (ou tapping), la raideur des leviers est plus importante (de la dizaine à la centaine de N/m) afin de limiter les dissipations et d'obtenir un « bon » oscillateur harmonique. La fréquence de résonance des pointes est généralement comprise entre 200 et 400 KHz. Le fait d'être en contact intermittent ne provoque que de très faibles forces de friction et donc pas de distorsion du levier. Les leviers utilisés sont rectangulaires (levier barreau).

En ce qui concerne les autres modes utilisés en AFM, mode magnétique, mode électrique ..., la résolution obtenue sur les données va dépendre non seulement de la géométrie de la pointe mais aussi des interactions pointe/échantillon qui pourront dépendre du relief de la surface.

Exploitation des résultats AFM

Généralement, par AFM, on obtient une image. Celle-ci est en fait constituée de lignes (256 ou 512 en général), qui représentent le profil de l'information collectée lors de la mesure : topographie, déphasage, Pendant la mesure, la pointe scanne les lignes une par une en faisant des aller-retour. Lors du déplacement de la pointe d'une ligne à l'autre, peut apparaître un décalage en hauteur qui ne modifie pas le profil de la ligne mais le zéro par rapport aux autres lignes. De plus, les tout premiers points du profil sont entachés d'une erreur due au passage d'une ligne à

l'autre. Cette erreur peut être évitée en prenant la mesure lors du trajet retour de la pointe. Généralement, l'échantillon n'est pas plan et horizontal. Ainsi en mode topographique, la rugosité de l'échantillon peut être masquée par ce défaut de planéité, rendant illisible les images brutes. Pour effectuer les mesures (notamment les mesures de hauteur) seront utilisées les images brutes (sans traitement d'image), ceci après vérification des artéfacts et erreurs dus à la géométrie de la pointe. En revanche, pour visualiser les images et effectuer les observations, il est généralement nécessaire d'effectuer un traitement numérique des images. Deux traitements d'image sont couramment utilisés pour les images topographiques.

Planefit

La commande « planefit » calcule un polynôme (dont on choisit l'ordre) de l'équation moyenne de la surface et le soustrait à l'image brute. Ainsi ce traitement permet de compenser l'inclinaison et la non planéité de la surface qui provoquent une perte d'information sur la rugosité de surface enregistrée. Un « planefit » d'ordre 1 permet de s'affranchir de l'inclinaison moyenne de la surface de manière à ce que le plan moyen de l'image traitée soit parfaitement horizontal, sans pour autant, contrairement au « planefit » d'ordre 2 et 3, modifier l'aspect réel de la surface analysée.

Flatten

Par la commande « flatten », pour chaque ligne prise individuellement, est calculé un polynôme (dont on choisit l'ordre) qui permet de déterminer la hauteur moyenne de la ligne. Cette valeur moyenne est soustraite des points de chaque ligne. Ainsi, chaque ligne est « recollée » à la précédente à la même hauteur. Ce traitement de surface permet d'éliminer les discontinuités dues à des « sauts » de la pointe entre deux lignes : sauts dus à des vibrations extérieures ou des défauts sur la surface.

Le MFM : microscope à force atomique en mode magnétique

Avec un AFM, il est possible localement de différencier les domaines magnétiques, des domaines amagnétiques, ceci pour des domaines inférieurs au centième de μm^2 . Ainsi, on peut différencier l'austénite (amagnétique) et la ferrite (magnétique) au niveau des aciers austéno-ferritiques [Dia00].

Un Microscope à Force Magnétique (MFM) est un AFM pour lequel l'emploi d'une pointe possédant un moment magnétique (Ni, Fe, Co) ou recouverte d'un dépôt ferromagnétique (FeNdB, CoPtCr, CoZrNb) conduit à des interactions magnétiques entre la pointe et la surface analysée. Les forces magnétiques étant faibles (de l'ordre du pN), elles ne peuvent pas être directement détectées par la flexion du levier qui porte la pointe, notamment à cause du bruit thermique. En revanche, le gradient vertical de la force magnétique entraîne une modification de la fréquence de résonance du levier de l'ordre du Hz, pour les pointes standards, et qui est mesurable.

On utilise le mode lift, ou à double passage, afin de détecter ces interactions. La surface est tout d'abord scannée en mode tapping pour obtenir son image topographique (les forces de Van Der Waals prédominent). Puis la pointe est relevée au dessus de la surface (distance entre 20 et 200 nanomètres) et elle suit la topographie précédente en mode non contact pour détecter les interactions magnétiques pointe / échantillon.

Les forces magnétiques sont détectées à partir de la mesure du gradient de forces magnétiques suivant la normale à l'échantillon. En l'absence de forces magnétiques, le micro-levier oscille à sa fréquence de résonance. Cette fréquence est décalée d'une quantité proportionnelle aux gradients des forces magnétiques verticales s'exerçant sur la pointe. Les décalages en fréquence à détecter sont très faibles : de l'ordre de 1 à 50 Hz pour des micro-leviers ayant une fréquence de résonance de 100 kHz.

La détection de ces décalages en fréquence peut être réalisée de trois manières :

- par la mesure de la différence de phase entre l'oscillation du micro-levier et celle du tube piézoélectrique,
- par la mesure des variations de l'amplitude d'oscillation du micro-levier,
- par l'analyse de la modulation en fréquence qui permet de détecter directement les décalages.

En pratique la détection de phase ou la modulation en fréquence produisent des résultats généralement supérieurs à la détection d'amplitude.

Parce que le champ magnétique produit par la pointe affecte celui produit par l'échantillon et vice versa, il est souvent difficile d'obtenir des informations quantitatives d'une mesure MFM. Pour interpréter ces informations, la configuration

magnétique de la pointe doit être parfaitement connue. Avec un MFM, une résolution latérale de 30 nm est accessible.

Utilisation de l'AFM pour l'étude de l'endommagement et de la déformation plastique des matériaux métalliques

Depuis plus de 15 ans, l'endommagement et la déformation des matériaux provoquant des modifications, notamment topographiques, de leur surface, sont étudiés par des analyses AFM. C'est la déformation plastique des matériaux polymères, difficilement observable par MEB ou MET, qui a été initialement étudiée par AFM, puis plus tard celle des verres, puis des céramiques et des alliages métalliques.

La déformation plastique, c'est-à-dire irréversible, d'un alliage métallique s'explique par le mouvement des dislocations qui, sous sollicitation mécanique, vont se multiplier, interagir et se déplacer. Ces phénomènes, qui ont lieu au cœur du matériau, ont des répercussions sur la surface de celui-ci : l'apparition d'un relief. Dans le cas d'un matériau sollicité en traction monotone, la sortie des dislocations au niveau de la surface libre provoque la formation de bandes (ou lignes) de glissement (Figure 7 a)).

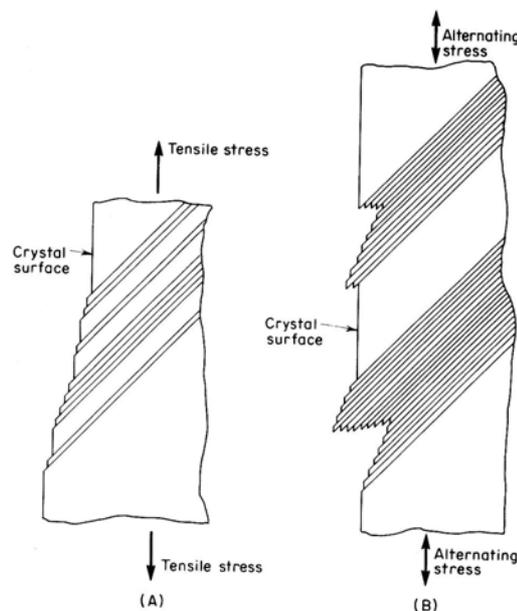


Figure 7 : évolution de la surface due à une déformation plastique monotone (à gauche) et cyclique (à droite)

Sous sollicitation cyclique, le relief, moins régulier, est formé de bosses, souvent accompagnées de vallées très étroites. On parle alors d'extrusion-intrusion (Figure 7 b)).

Les bandes de glissement et les extrusions sont donc les marques visibles à la surface de la déformation plastique du matériau. De plus, elles forment des irrégularités de surface qui sont soumises à des contraintes beaucoup plus élevées en comparaison des zones de surface plus lisses. Elles sont ainsi, notamment sous sollicitation cyclique, des sites préférentiels d'amorçage des fissures. De plus, dans le cas d'environnement agressif, la formation de relief à la surface, notamment des intrusions et des surfaces fraîches (non oxydées) suite à la déformation plastique, entraîne des modifications au niveau des conditions d'interface entre l'environnement et le matériau, et donc une modification de l'endommagement du matériau par l'environnement. C'est pourquoi, l'étude de l'évolution de la surface suite à la déformation plastique est importante. Elle peut permettre non seulement de comprendre ou quantifier les mécanismes de plasticité, mais aussi d'étudier l'influence de l'environnement sur le comportement du matériau.

Ainsi, du fait de sa résolution, l'AFM en mode topographique est utilisé depuis plus de 10 ans pour l'étude de la topographie créée à la suite d'une sollicitation mécanique.

Différentes études ont été menées pour l'étude des mécanismes de formation et de croissance des bandes de glissement sur des alliages métalliques monophasés ou biphasés [Cou99, Kra05, Fer06]. Pour les aciers duplex (austéno-ferritique), la déformation au niveau de chaque phase a été étudiée par analyse AFM des évolutions de la surface dans chacun des grains [Fre06] et par mesure AFM de la déformation de micro-grilles [Vig05]. La déformation plastique dépendant de la microstructure et de l'orientation cristallographique des grains, les résultats issus de la seconde méthode, moins locale, peuvent apparaître plus représentatifs du comportement de chaque phase. Cependant, ils ne permettent pas d'expliquer les interactions entre les deux phases et les mécanismes d'évolution des bandes de glissement. Pour prendre en compte la microstructure, les analyses AFM sont souvent couplées à une analyse EBSD (diffraction des électrons rétrodiffusés) de la surface, effectuée avant essai, et qui permet de déterminer la microstructure et l'orientation des grains.

De même que pour la déformation plastique monotone, différentes études ont été menées pour observer les différents types d'extrusion formée et en comprendre les mécanismes de formation [Nav94, Vil02, Pol03], et pour étudier leur croissance et leur évolution au cours du cyclage [Nak00, Cre01, Man02, Ris03, Man03, Man04]. Ces études, menées essentiellement sur des alliages monophasés, montrent la complexité des phénomènes, notamment le grand nombre de paramètres à prendre en compte : taille et forme des grains, orientation cristallographique. L'étude et la prise en compte de ces différents paramètres ainsi que l'aspect local de la majorité des études rendent difficile le développement de calculs et modèles basés sur les mesures AFM. Ces modèles permettraient de rendre compte de l'accommodation de la déformation ou de prédire la formation de fissures.

L'utilisation de l'AFM en milieu liquide et en température permet d'envisager une étude de l'effet de l'environnement sur la déformation plastique des alliages métalliques. Cependant, les difficultés expérimentales (corrosion du matériau mais aussi du microscope, difficulté à mettre en oeuvre des essais in-situ en milieu liquide) n'ont pas permis aux études concernant les alliages métalliques de réellement aboutir. De plus, les analyses AFM en température sont des mesures délicates et longues, peu compatibles avec les dérives au niveau des mesures AFM. C'est pourquoi, l'environnement est un des paramètres du matériau ou de l'essai mécanique, sans pour autant que soient menées réellement des analyses AFM in situ. Ainsi, l'influence de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique de l'acier 316L a été étudiée [Men08]. Des éprouvettes de traction, pré-chargées cathodiquement, ont été sollicitées puis leur surface et notamment la géométrie des bandes de glissement ont été analysées par AFM.

Il est à noter que la plupart des études concernant les aciers est menée sur des alliages monophasés, austénitiques ou ferritiques. L'étude d'aciers martensitiques ou bainitiques est en effet délicate : la présence de carbures rend l'obtention d'images AFM en mode contact difficile. De plus, la rugosité de surface créée suite à une déformation plastique semble beaucoup plus complexe que celle observée au niveau des phases ferritique et austénitique.

Etude par AFM du relief créé en surface suite à une déformation plastique monotone ou cyclique d'aciers austéno-ferritiques

Introduction

L'objectif de l'étude de la plasticité et de l'endommagement d'aciers duplex est de mieux comprendre le rôle de la microstructure sur les propriétés mécaniques, et notamment le rôle de chacune des deux phases à l'accommodation de la déformation plastique. Les aciers duplex sont constitués de deux phases (ferrite et austénite) et présentent une résistance mécanique et une résistance à la corrosion supérieures à ce que pourrait offrir un acier monophasé constitué de l'une ou l'autre phase.

De nombreuses études ont déjà été menées sur ces aciers, notamment basées sur des analyses de surface au MEB ou, des structures de dislocation en cœur du matériau au MET. Sous sollicitation cyclique, suivant l'amplitude de déformation, la réponse du matériau et de chacune des phases apparaît différente [Vog01]. Cependant le partage de l'accommodation plastique entre la phase ferritique et la phase austénitique n'est pas clairement compris, les analyses MET étant trop locales et les analyses MEB pas assez précises et à deux dimensions.

L'AFM permet non seulement d'obtenir une topographie à haute résolution de la surface, mais aussi d'étudier une large zone (en effectuant une mosaïque). Ainsi, il nous est apparu comme un moyen pertinent d'investigation du partage de la déformation plastique des aciers biphasés.

Les matériaux étudiés

Les matériaux étudiés lors de ces recherches, menées en grande partie dans le cadre de la thèse de D. Salazar [Sal08], sont deux aciers inoxydables duplex à l'azote (0.25% massique) : l'UR25N+ et le BöA911 dont les comportements mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique sont similaires [Vog01]. Leur microstructure est constituée d'une matrice de ferrite avec des îlots d'austénite orientés dans le sens de laminage (Figure 8). La fraction volumique de phase ferritique (α) et austénitique (γ) est respectivement pour l'UR25N+ et le BöA911 de 50,6%/49.4% et 51.2%/48.8%.

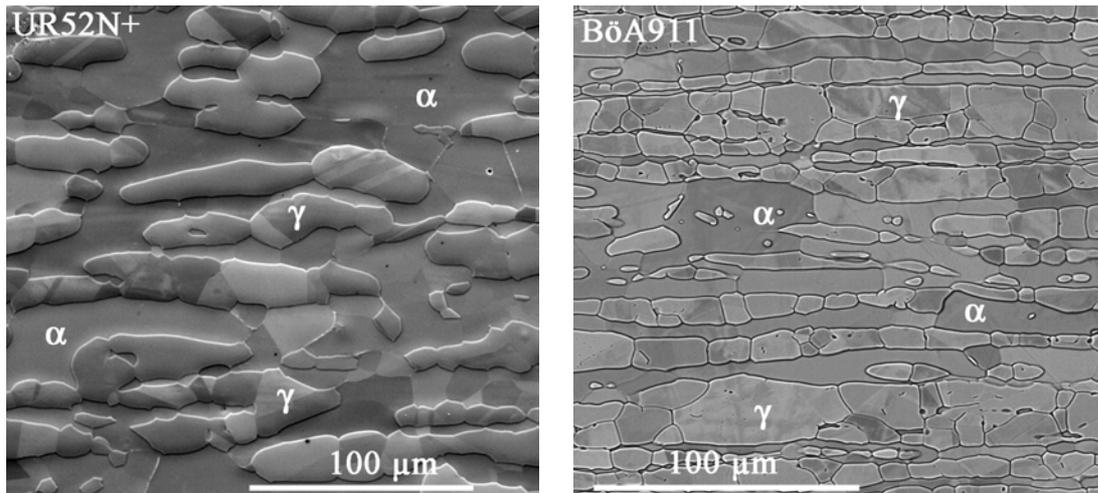


Figure 8 : microstructure des aciers inoxydables duplex UR52N+ et BöA911

Le Tableau 1 donne la taille moyenne des grains, déterminée par EBSD (Diffraction des électrons rétro diffusés) et la micro dureté pour chacune des phases.

	UR52N+	BöA911
Taille des grains de ferrite (μm)	16.4 ± 11	10.0 ± 6.2
Micro dureté de la ferrite (Hv_{10})	309 ± 35	320 ± 13
Taille des grains d'austénite (μm)	11.5 ± 5.2	6.5 ± 2.7
Micro dureté de l'austénite (Hv_{10})	311 ± 35	312 ± 5

Tableau 1 : taille de grain, et micro dureté pour chacune des phases des aciers UR52N+ et BöA911

Les expériences mises en oeuvre

Afin de mener des analyses après sollicitation mécanique, nous avons travaillé sur des éprouvettes plates de traction ou de fatigue. De plus, avant essai, la surface de l'éprouvette est polie mécaniquement et électrolytiquement afin d'obtenir un état de surface de référence sans rugosité. Des analyses EBSD ont été menées sur les éprouvettes avant essai mécanique, afin de déterminer non seulement la microstructure (les grains) mais aussi l'orientation des grains sur des zones données.

Relief créé en surface suite à une déformation plastique monotone

Cette étude [Ser08] a été menée sur l'acier UR52N+. Des éprouvettes de traction miniature sont déformées à différentes valeurs de déformation plastique (allant de 0,2 % à 1,8%). La surface des éprouvettes est ensuite observée en microscopie optique, en microscopie électronique à balayage puis en AFM (mode contact). Nous avons mené, pour chaque échantillon, une analyse quantitative des bandes de glissement (nombre, type de bandes, hauteur, espacement), sur une surface représentative de 140*140 μm .

Quelle que soit la déformation plastique étudiée (même pour la plus faible qui est de 0,2 %), nous observons des bandes de glissement, signe de déformation plastique non seulement dans l'austénite mais aussi dans la ferrite.

A la surface de la phase austénitique, nous observons des bandes de glissement linéaires (Figure 9) dont le nombre et la hauteur augmentent avec la déformation plastique. Ainsi, à 1.15 % de déformation plastique, nous observons deux types de bandes : des bandes de hauteur comprise entre 15 et 20 nm, espacées d'environ 1 μm en moyenne et, des bandes moins importantes en hauteur (5 nm) beaucoup plus rapprochées (250 nm). De plus, avec l'augmentation de la déformation dans certains grains, deux systèmes de glissement sont activés.

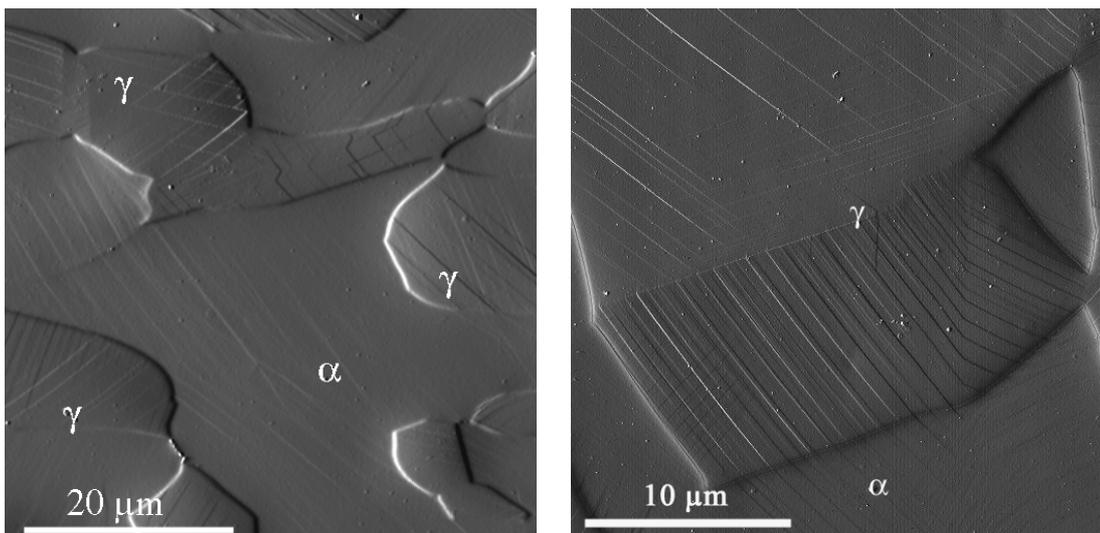


Figure 9 : bandes de glissement dans un grain austénitique (images en mode erreur)

A la surface de la phase ferritique, les bandes de glissement les plus faibles (2 nm de hauteur) ne sont réellement détectables qu'au microscope à force atomique (pas au MEB). Deux types de bandes de glissement sont observés dans la ferrite : des bandes de glissement linéaires émergentes de l'austénite qui traversent plus ou moins les grains de ferrite notées A1 ou A2 (Figure 10), et des bandes de glissement, d'aspect plus irrégulier, qui sont plus nombreuses et plus hautes aux taux de déformation élevés notées F1 et F2 (Figure 11).

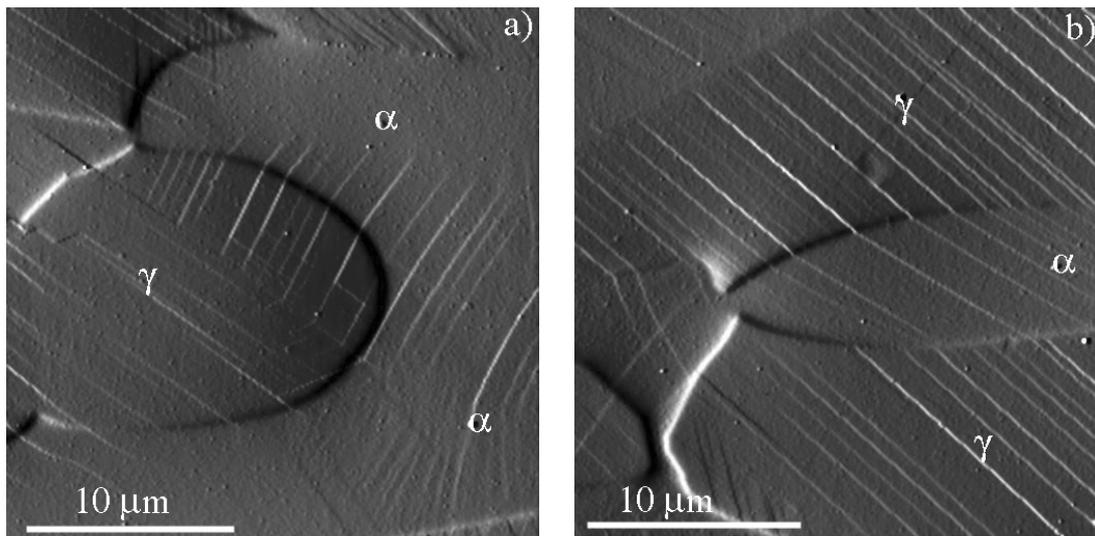


Figure 10 : bandes de glissement dans un grain ferritique - $\epsilon_p = 1.8\%$ - a) : type A1, b) : type A2 (images en mode erreur)

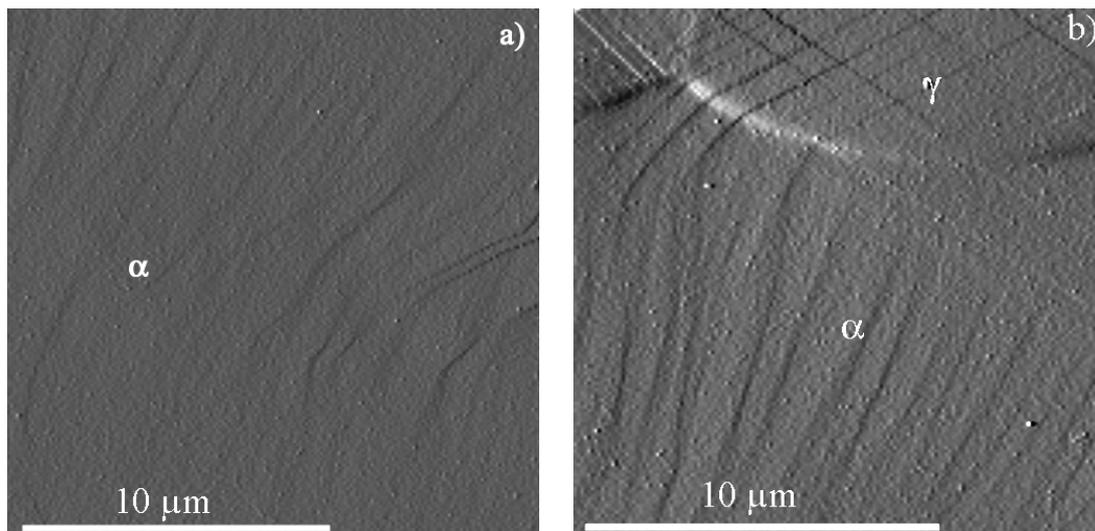


Figure 11 : bandes de glissement dans un grain ferritique - $\epsilon_p = 1.8\%$ - a) : type F1, b) : type F2 (images en mode erreur)

Les bandes de glissement de type A (A1 ou A2) sont linéaires et leur orientation semble directement en lien avec celle des bandes de glissement présentes au niveau des grains d'austénite voisins. Les bandes de glissement de type F (F1 et F2) sont quant à elles plus ou moins courbes, d'aspect complètement différent de celles observées au niveau de l'austénite ou des bandes de type A. Les bandes de glissement de type F1 sont présentes à l'intérieur des grains de ferrite. Ayant une longueur inférieure à celle du grain, elles ne se situent pas à proximité des joints de phase. Les bandes de glissement de type F2 ont les caractéristiques des bandes de type F1, sauf qu'une de leurs extrémités est rectiligne et en contact avec le joint de phase.

Les bandes de glissement résultent de l'intersection du plan de glissement activé avec la surface libre du matériau. Ainsi, connaissant, par les analyses EBSD effectuées avant essai, les orientations cristallographiques de chaque grain, nous avons pu calculer l'angle entre l'axe de chargement et les bandes de glissement qui sont associées aux différents systèmes de glissement qui peuvent être activés dans les réseaux cubique faces centrées (12 systèmes : $\{111\}\langle 110\rangle$) et cubique centré (48 systèmes : $\{110\}\langle 111\rangle$), $\{211\}\langle 111\rangle$), $\{321\}\langle 111\rangle$) [Man02, Vil02, Fre06]. La comparaison entre les angles calculés et les angles que font les bandes de glissement observées à la surface de l'échantillon avec la direction de chargement, mesurés à partir des images AFM, permet de déterminer les systèmes de glissement activés lors du chargement, ceci pour chaque grain. Nous vérifions alors que les bandes de glissement de type F1 et F2 correspondent à des bandes de glissement propres au réseau de la ferrite. Ainsi, les bandes de glissement de type F1 et F2 sont la marque d'une déformation propre de la ferrite, conclusion en concordance avec d'autres études [Fre06, Tai06].

Nous avons montré que les bandes de glissement de type A1 et A2 signifient un transfert de plasticité de l'austénite vers la ferrite. En effet, pour les aciers duplex, la capacité de la déformation plastique et donc des dislocations à être transférées d'un grain d'austénite à un grain de ferrite dépend de la compatibilité cristallographique entre les grains [Bug01, Tai06, Alv07]. La relation de Kurdjumov-Sachs (K-S) est souvent utilisée pour rendre compte de la compatibilité cristallographique de systèmes biphasés Cubique Centré (la ferrite - CC) et Cubique à Faces Centrées (l'austénite - CFC). On vérifie la coïncidence entre les systèmes de glissement de deux cristaux voisins à savoir que $\{110\}_{cc} // \{111\}_{cfc}$ et que $\langle 111\rangle_{cc} //$

$\langle 011 \rangle_{\text{cfc}}$. Les deux systèmes coïncident et sont parallèles si la relation K-S est vérifiée (Figure 12).

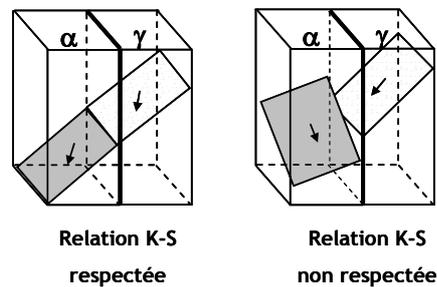


Figure 12 : schéma de systèmes de glissement qui vérifient ou non la relation K-S

A partir des données EBSD de chaque grain (angles d'Euler), nous vérifions pour chaque paire de grains voisins austénite/ferrite la compatibilité cristallographique (angle entre les systèmes inférieurs à 10°).

On vérifie que si un grain de ferrite est plastiquement compatible avec un grain d'austénite voisin, qui est déformé, une bande de glissement dans l'austénite va se prolonger au niveau de la ferrite à travers l'interface entre les phases et une bande de glissement de type A1 ou A2 est alors formée. Si le grain de ferrite ne présente aucune compatibilité avec ses grains d'austénite voisins, alors des bandes de glissement de type F1 sont observées, signe d'une déformation plastique propre de la ferrite. Les bandes de glissement de type F2 et A1 sont observées dans le cas d'un transfert de plasticité de l'austénite vers la ferrite qui est limité à la zone proche de l'interface entre phases. Ces bandes peuvent être prolongées par une bande de glissement curviligne provoquée par une déformation propre de la ferrite (F2).

Au niveau de la phase ferritique, l'origine de la déformation plastique (propre à la ferrite ou assistée par la déformation de l'austénite) dépend de la compatibilité des grains de ferrite avec leurs grains d'austénite voisins et provoquent la formation de différents types de bandes de glissement.

Relief créé en surface suite à une déformation plastique cyclique

Cette étude a été menée sur l'acier B0A911 [Sal08]. La rugosité en surface de chacune des deux phases créée par l'accommodation de la déformation plastique a été étudiée par des observations AFM, lors d'essais de fatigue oligocyclique ($\Delta\varepsilon_t = 1,6$

%, ce qui correspond à une amplitude de déformation plastique à mi-durée de vie de 0.88%) menés à rupture ou interrompus.

A la surface de l'austénite sont présentes des extrusions de type « ruban », de section transversale approximativement triangulaire (Figure 13). Elles correspondent à la matière extrudée du fait de l'accommodation de la plasticité cyclique.

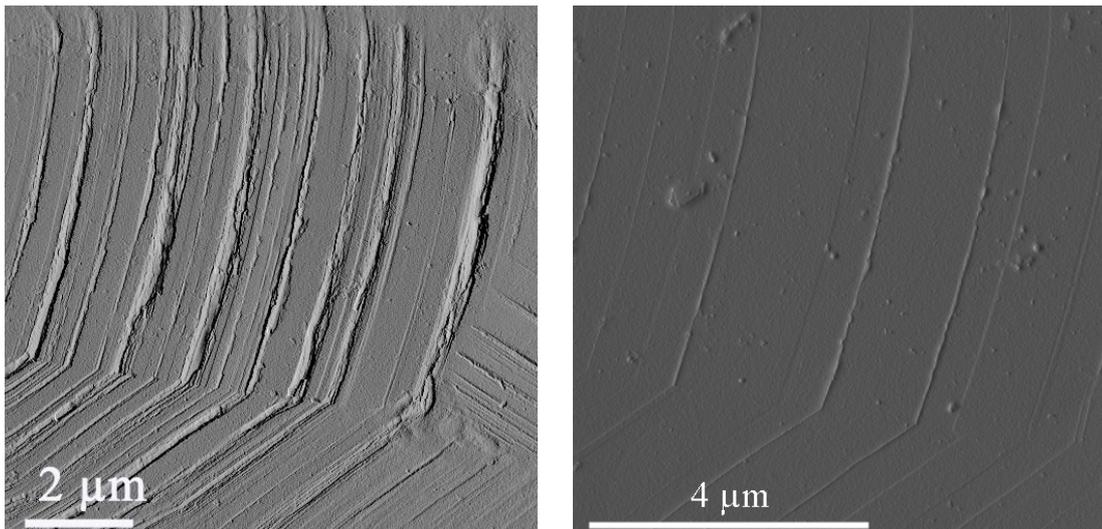


Figure 13 : extrusions de type « ruban » (à gauche) et morphologies mixtes (à droite) présentes au niveau de la surface des grains d'austénite (images en mode erreur)

De plus, sont observés des grains comportant des bandes de glissement, similaires à celles observées sous sollicitation monotone et des morphologies mixtes formées d'une bande de glissement se prolongeant par une extrusion (Figure 13).

A la surface de la ferrite, différentes morphologies dues à l'accommodation de la déformation plastique sont observées :

- des bandes de glissement,
- des morphologies mixtes (bandes de glissement + extrusions),
- différents types d'extrusions (Figure 14), déjà observées à la surface d'un acier inoxydable ferritique après sollicitation cyclique [Man04],
- des décalages entre les grains ferritiques (figure 15),
- et des zones de haute rugosité, qui sont des sites préférentiels de la fissuration de la phase ferritique (figure 16).

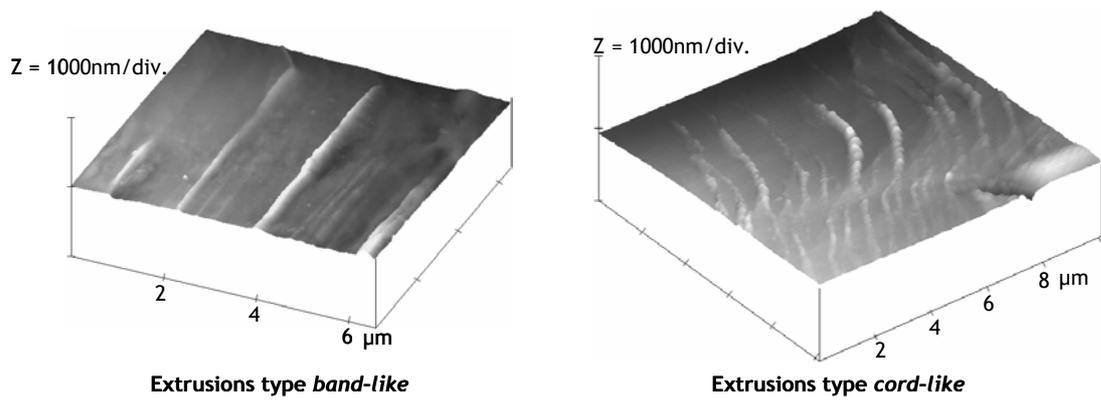


Figure 14 : extrusions observées à la surface des grains ferritiques

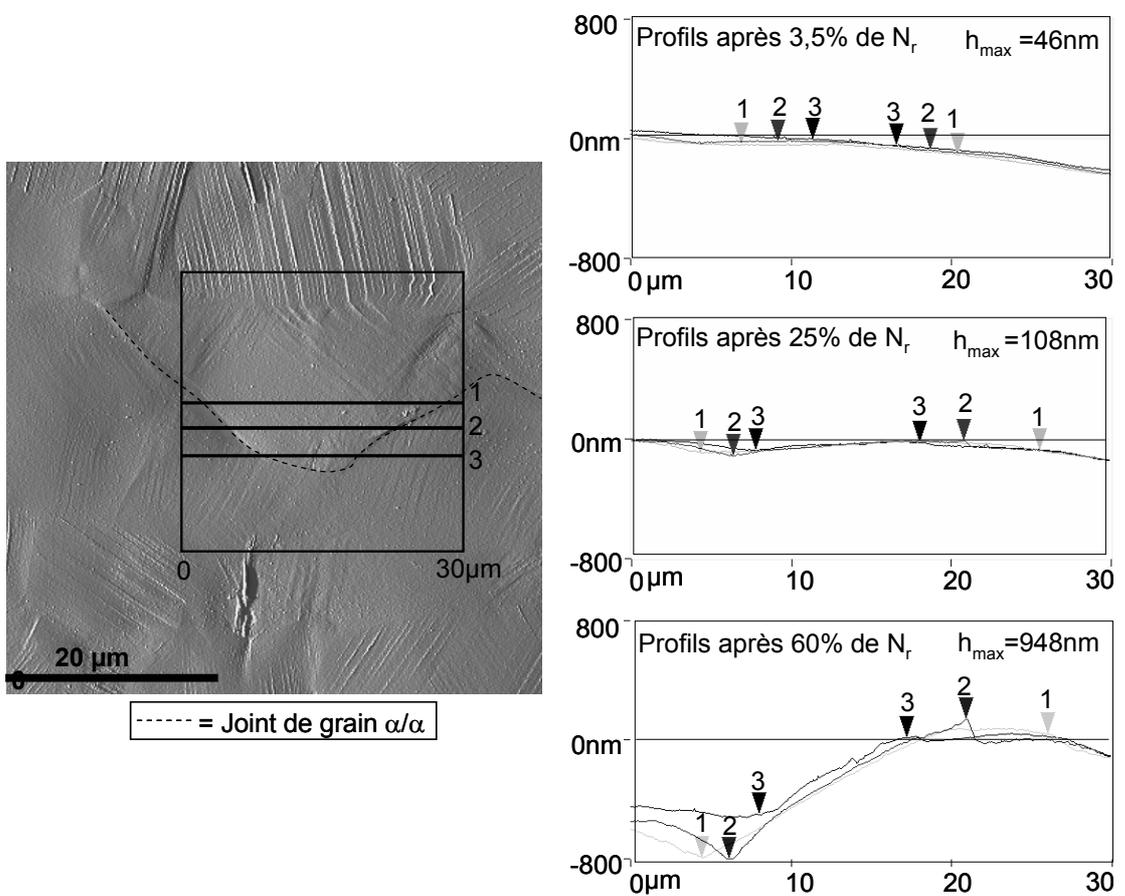


Figure 15 : décalage des joints de grain entre eux - évolution suivant le pourcentage de la durée de vie N_r

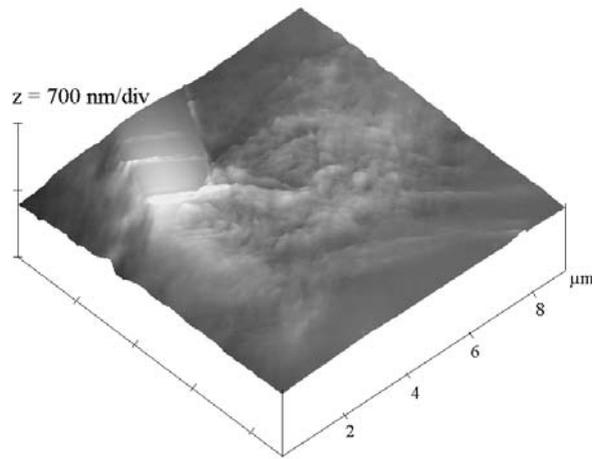


Figure 16 : zone de haute rugosité dans un grain ferritique

Les extrusions « band like » sont relativement linéaires, de hauteur régulière et compactes. Les extrusions de type corde (cord-like) suivent une trajectoire courbe et sont caractérisées par une surface rugueuse. Des intrusions sont observées au niveau de leur partie supérieure.

Les zones de haute rugosité (Figure 16) apparaissent à 60% de la durée de vie. Elles sont localisées fréquemment près des interphases α/γ et n'occupent qu'une partie du grain. Ces zones déjà observées pour un acier ferritique [Man04] ont été attribuées à l'activation d'au moins deux systèmes de glissement.

Les observations en AFM, combinées aux analyses par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), ont été menées pour comprendre l'interactivité des deux phases et expliquer l'existence de ces zones de haute rugosité. Suivant la compatibilité cristallographique des grains austénitiques et ferritiques, évaluée à partir des angles d'Euler des grains, obtenus par EBSD, et en utilisant la relation de Kurdjumov-Sachs, nous étudions les conditions de présence des zones de haute rugosité dans un grain ferritique voisin d'un grain austénitique très déformé (Figure 17).

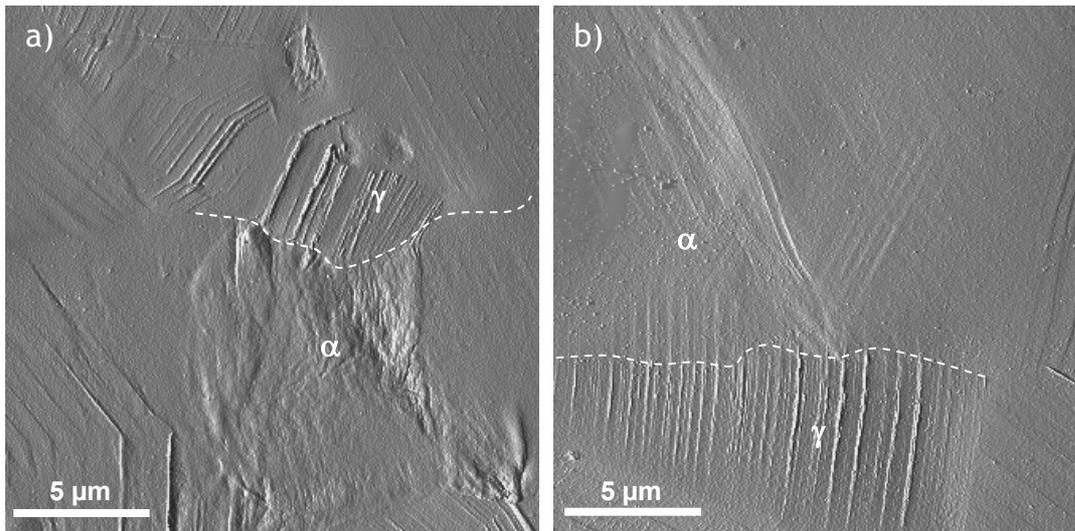


Figure 17 : présence (a) ou absence (b) d'une zone de haute rugosité dans un grain ferritique à proximité d'un grain d'austénite déformé (images en mode erreur)

Cette analyse montre que les zones de haute rugosité dans les grains ferritiques ont été toujours associées à un grain voisin austénitique avec lequel la relation de K-S n'a pas été satisfaite. Si deux cristaux (austénite et ferrite) ne sont pas compatibles cristallographiquement, une transmission indirecte de la déformation plastique peut avoir lieu entre les deux phases [Tai06]. Cette transmission indirecte implique de fortes concentrations de contraintes dans l'interphase α/γ et, en conséquence, l'activation de sources de dislocations dans la ferrite, sur plusieurs systèmes de glissement, ce qui entraîne la formation des zones de haute rugosité. Un phénomène de « réflexion » [Tai06] peut avoir lieu dans le grain austénitique actif traduisant une déformation encore plus intense. En revanche, dans les paires austénite-ferrite où la relation de K-S est remplie, les grains ferritiques ne présentent aucun changement en surface ou une légère continuité des marches provenant de l'austénite (transmission directe) à proximité de l'interphase.

Nous observons différentes morphologies d'évolution de la surface des grains ferritiques. Cependant, nous avons remarqué que la présence (et l'évolution avec le pourcentage de la durée de vie) de ces morphologies dépend de la disposition des phases aux proximités des joints de ferrite. Nous avons alors comparé l'évolution de la distribution de ces morphologies avec le pourcentage de durée de vie, ceci au niveau de quatre zones présentant des dispositions de phases différentes (Figure 18).

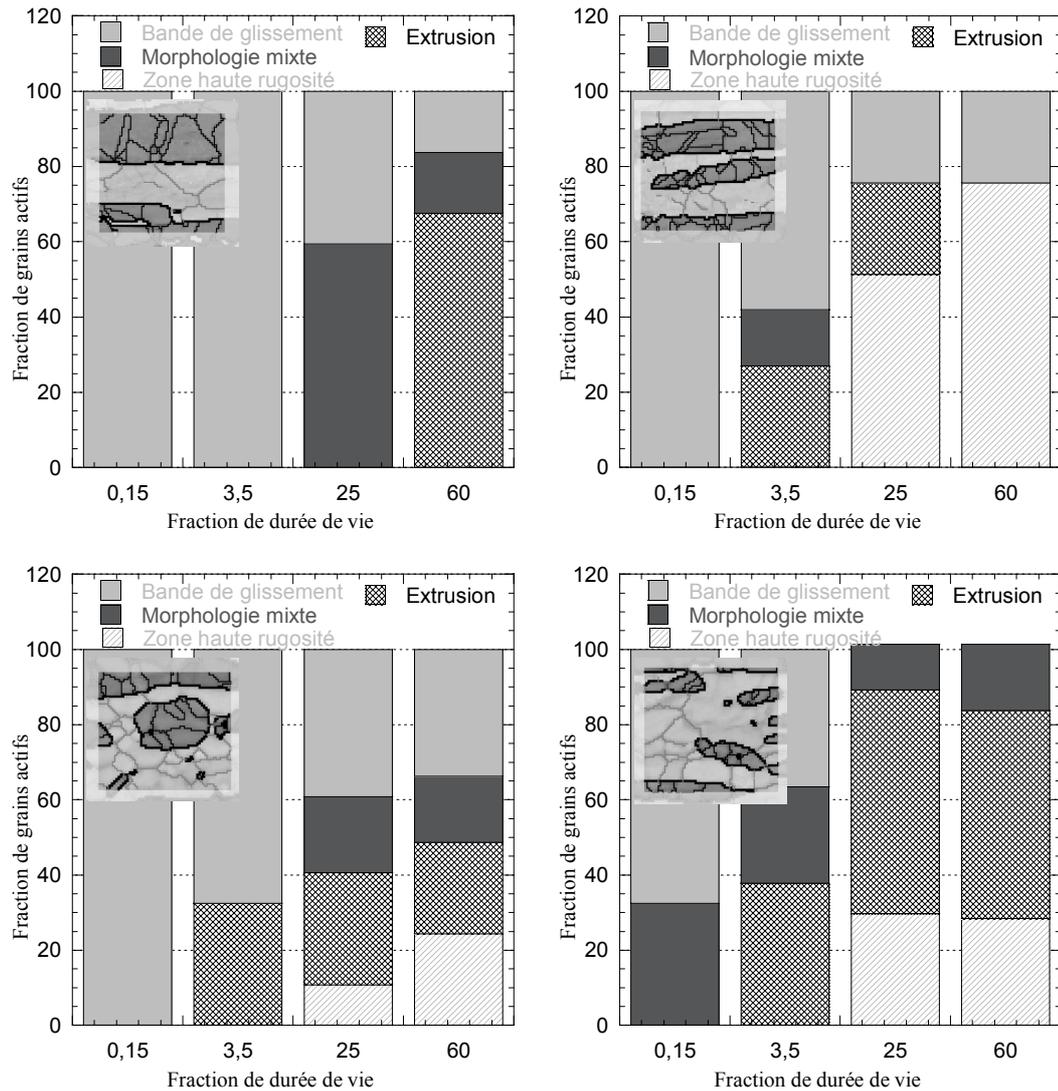


Figure 18 : distribution des morphologies en surface des grains actifs¹ de ferrite en fonction de la disposition des phases²

La formation de zones de haute rugosité, qui représente l'endommagement le plus important pour le matériau, dépend de la concentration de contrainte aux interphases α/γ . Elle est donc influencée par la distribution des phases à travers notamment quatre paramètres :

- les irrégularités géométriques au niveau des îlots d'austénite c'est-à-dire les coins ou changements brusques d'angles,
- la présence de joints de grain α/α à proximité des interphases α/γ ,

¹ Un grain est considéré actif s'il présente une évolution de surface.

² Sur les microstructures des zones, l'austénite apparaît en gris foncé, la ferrite en gris clair.

- la distance entre les îlots d'austénite, une distance faible va entraîner une augmentation de la déformation plastique au niveau de la ferrite,
- l'angle entre l'interphase α/γ et l'axe de chargement : des angles compris entre 45 et 90° contribuent à une déformation plastique plus importante au niveau de la phase ferritique.

Un nombre important d'îlots d'austénite (plus répartis) provoque la formation de zones de haute rugosité. Au contraire, de larges îlots d'austénite avec moins d'interphases engendrent moins d'endommagement de surface.

Compréhension du rôle des différentes phases d'un acier duplex dans l'accommodation de la plasticité à partir d'analyses AFM

Les différentes morphologies d'évolution de la surface sous sollicitation mécanique ayant été répertoriées et analysées, nous avons étudié leurs évolutions avec la déformation plastique afin de comprendre le rôle de chaque phase à l'accommodation de la plasticité.

Sollicitation monotone

Pour comprendre le rôle des deux phases dans l'accommodation de la déformation plastique monotone, une étude de l'évolution du nombre et des caractéristiques des bandes de glissement suivant la déformation plastique macroscopique a été effectuée.

Il apparaît que le nombre de bandes de glissement (par unité de surface en tenant compte de la proportion des phases) présentes dans l'austénite est prépondérant par rapport à celui de la ferrite mais le rapport tend à diminuer avec l'augmentation de la déformation plastique (Figure 19).

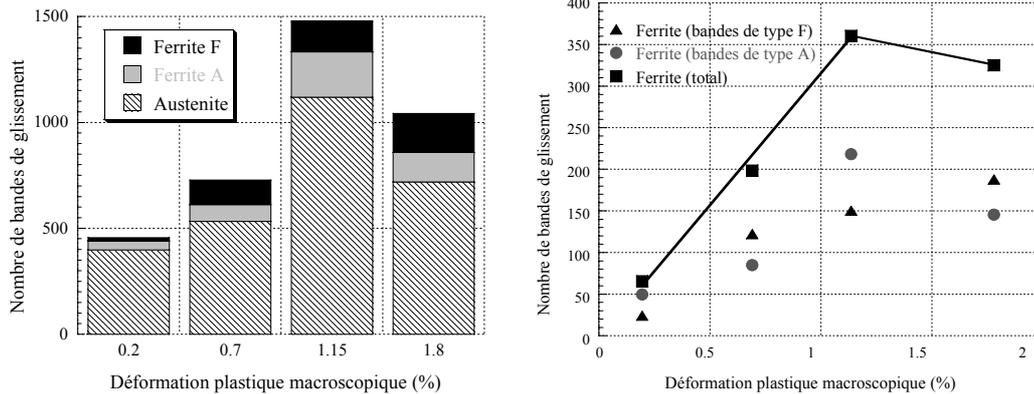


Figure 19 : à gauche : le nombre des différents types de bandes de glissement dans chacune des phases suivant la déformation plastique imposée, à droite : évolution du nombre de bandes de glissement dans la ferrite suivant la déformation plastique imposée

Dans l'austénite comme dans la ferrite, le nombre de bandes de glissement augmente avec la déformation plastique macroscopique jusqu'à $\varepsilon_p = 1,15\%$ puis diminue (Figure 19). Concernant la ferrite, une augmentation linéaire des bandes de glissement de type F est observée tandis que le nombre de bandes de glissement de la ferrite, issues de l'austénite (Type A), dépend de manière quasi linéaire du nombre de bandes de glissement dans l'austénite (Figure 19), soulignant le transfert de plasticité de l'austénite vers la ferrite. Avec l'augmentation de la déformation plastique, la proportion de bandes de glissement propres à la ferrite croît, mettant en évidence à faible taux de déformation, une déformation de la ferrite essentiellement assistée par celle de l'austénite et avec l'augmentation de la déformation, une déformation propre de la ferrite de plus en plus importante.

La diminution du nombre de bandes de glissement de l'austénite au-delà de $\varepsilon_p = 1,15\%$ s'explique par la géométrie des bandes de glissement au niveau de l'austénite, qui a été caractérisée par la hauteur des bandes H_{SB} , et l'espacement entre elles D_{SB} (Figure 20).

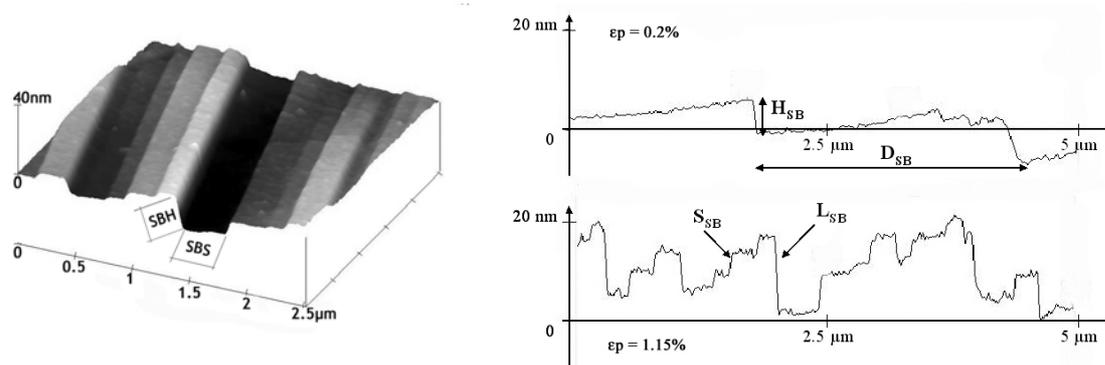


Figure 20 : à gauche : vue 3D des bandes de glissement à la surface de l'austénite ($\epsilon_p = 1.15\%$), à droite : profils de bandes de glissement à la surface de l'austénite pour $\epsilon_p = 0.2\%$ et $\epsilon_p = 1.15\%$

A faible taux de déformation ($\epsilon_p = 1,15\%$), la morphologie des bandes de glissement est de type marche. La hauteur et l'espacement entre les bandes sont alors bien déterminables. A un taux plus important de déformation, nous observons de larges bandes de glissement (L_{SB}) qui sont constituées de plus petites bandes de glissement (S_{SB}) (Figure 20). A $\epsilon_p = 1,8\%$, à l'AFM, seules de larges bandes de glissement sont visibles. L'AFM permet la mesure de la hauteur et de l'espacement entre les bandes de glissement (Tableau 2).

Déformation macroscopique	0.2%	1.15%		1.8%
		S_{SB}	L_{SB}	
Hauteur des bandes de glissement H_{SB} (nm)	11	5	16	17
Distance entre les bandes de glissement D_{SB} (μm)	2.5	0.25	1	1.5

Tableau 2 : évolution des caractéristiques des bandes de glissement à la surface des grains d'austénite suivant la déformation plastique

Ainsi, la diminution du nombre de bandes de glissement au niveau de la surface des grains d'austénite pour $\epsilon_p > 1,15\%$, est interprétée comme une évolution géométrique des bandes de glissement due à la coalescence de petites bandes de glissement pour former des bandes de glissement plus hautes et plus espacées, ce qui engendre une localisation de la déformation plastique.

Sollicitation cyclique

Un essai de fatigue oligocyclique interrompu a été mené sur une éprouvette plate pour un taux de déformation $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$, ce qui correspond à une amplitude de déformation plastique à mi-durée de vie de 0.88% (Figure 21).

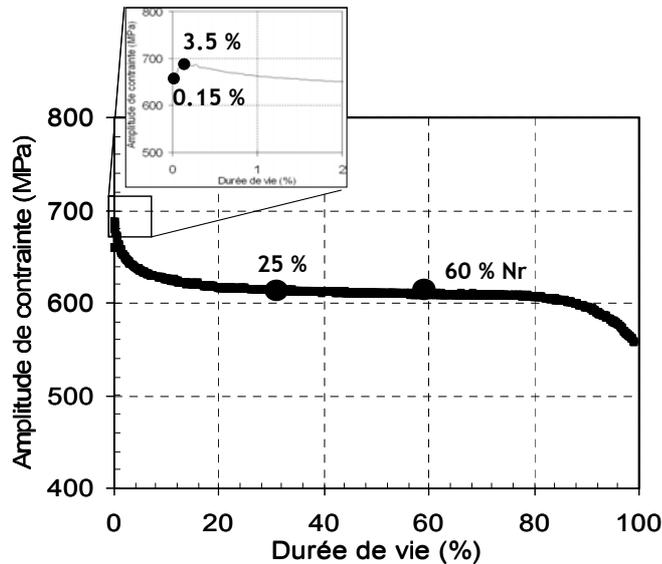


Figure 21 : courbe d'évolution de l'amplitude des contraintes en fonction du pourcentage de durée de vie - $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$

Durant les premiers cycles, l'amplitude des contraintes augmente : le matériau présente un durcissement cyclique au bout de 5 cycles (0,15% de la durée de vie), qui est suivi d'un adoucissement cyclique. La phase de stabilisation est atteinte à environ 25 % de la durée de vie. En fin d'essai, lors de la propagation en volume de fissures macroscopiques, nous observons une chute de contrainte. C'est le rôle de chacune des phases dans l'évolution du matériau au cours du temps, que nous étudions par l'analyse AFM de l'évolution de la surface du matériau.

A différents stades de la durée de vie du matériau (0,15%, 3,5%, 25% et 60% de la durée de vie), des analyses AFM de différentes surfaces représentatives du matériau (dimension et disposition des grains et des phases) sont effectuées. Aux différents stades de la durée de vie, à partir des analyses AFM ont été déterminés :

- le nombre de grains de chaque phase actifs et inactifs¹,

¹ Un grain est considéré actif s'il présente une évolution de surface.

- le nombre de grains présentant les différentes morphologies signe de l'accommodation de la déformation.

En ce qui concerne l'accommodation cyclique (évolution de la contrainte avec le nombre de cycles), les changements en surface au début de l'essai suggèrent que le durcissement-adoucissement initial correspond à une réponse essentiellement austénitique (Figures 22 et 23). L'apparition des premières extrusions en surface des grains austénitiques correspond avec la fin de la période de durcissement (5 cycles), tandis qu'à ce stade, aucune extrusion n'est observée à la surface des grains de ferrite (Figure 23). En terme de rugosité observée en surface, la contribution de la phase ferritique à l'accommodation de la déformation plastique cyclique n'est observée qu'après la stabilisation de la contrainte.

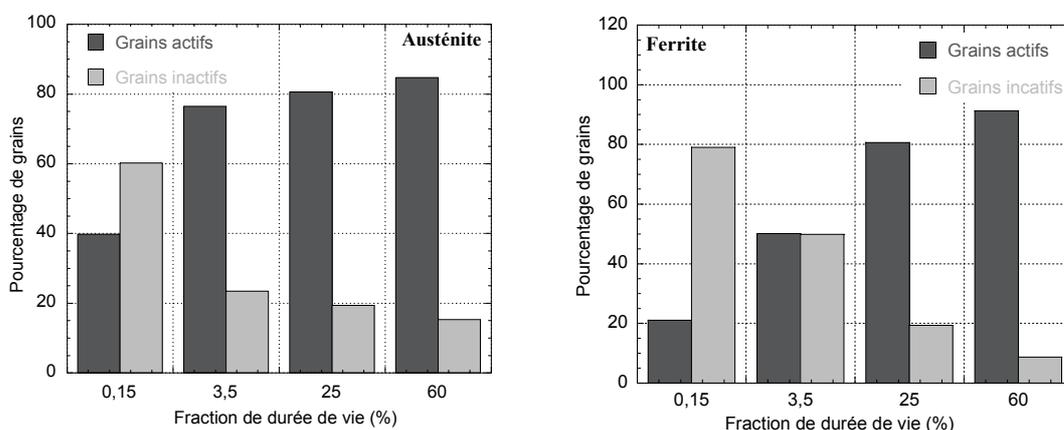


Figure 22 : évolution, avec la durée de vie, de la déformation plastique en terme de grains actifs ou inactifs : à gauche pour l'austénite, à droite pour la ferrite

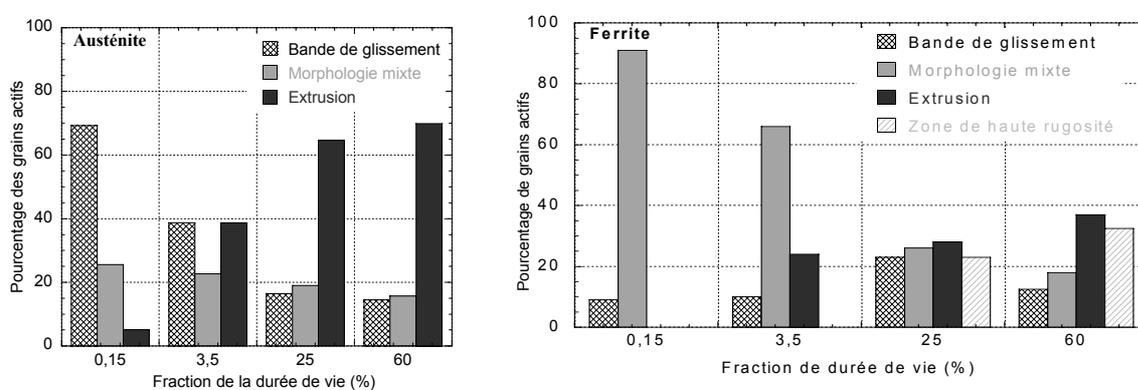


Figure 23 : évolution, avec la durée de vie, des différentes morphologies de surface : à gauche pour l'austénite, à droite pour la ferrite

L'évolution du relief des grains austénitiques est similaire à celle observée dans les aciers austénitiques monophasés [Man02, Vil02, Man03], et spécialement dans les nuances fortement alliées à l'azote [Hei01]. Les modifications en surface sont, en effet, observées dès les premiers cycles, conséquence de la localisation rapide de la déformation plastique en arrangements planaires de dislocations. La morphologie prédominante témoignant de l'accommodation de la plasticité cyclique correspond aux extrusions type ruban qui grandissent pendant toute la durée de vie en fatigue (Figure 24).

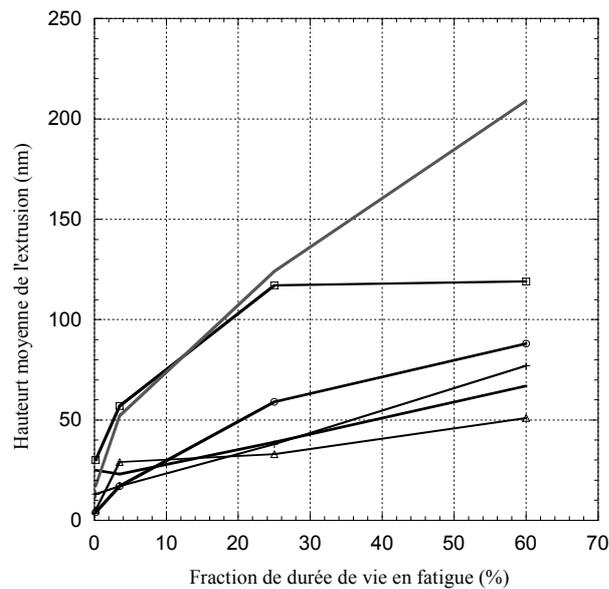


Figure 24 : évolution de la hauteur moyenne d'extrusions observées à la surface de la phase austénitique, au cours de l'essai

A haute amplitude de déformation, la phase austénitique conserve donc son comportement intrinsèque ; ses mécanismes d'accommodation de la déformation plastique au cœur et le type de relief généré en surface ne semblent pas être affectés par la présence de la matrice ferritique.

La rugosité générée en surface des grains ferritiques après 5% de la durée de vie (Figures 22 et 23) est quasi négligeable. Elle apparaît entre 5 et 25 % de la durée de vie. Sont observés différents types d'extrusions : extrusions « band like » et « cord-like ». Cependant, les zones de haute rugosité (HR) constituent la morphologie prédominante et la plus développée en surface des grains ferritiques en fin d'essai (Figure 23). Ces zones, générées à proximité des interphases α/γ , sont des sites préférentiels pour la nucléation des fissures dans la phase ferritique de l'acier duplex

BöA911. De plus, on note un important déplacement au niveau de certaines interfaces α/α comme déjà observé lors d'essais de fatigue oligocyclique d'un acier austéno-ferritique (40% γ - 60% α) [Bar09]. Les zones de forte rugosité et le décalage au niveau des joints de grain α/α apparaissent comme les sites préférentiels pour la nucléation des fissures.

Les zones de haute rugosité sont générées à proximité des interphases α/γ , conséquence de la concentration de contraintes, résultat d'une activité en surface importante dans un grain austénitique voisin, et de sa désorientation avec le grain ferritique concerné. Ainsi, la phase austénitique va directement influencer l'accommodation plastique et l'endommagement au niveau de la phase ferritique. De plus, la distribution des phases influençant localement l'accumulation des contraintes dans les interphases, la génération des zones de haute rugosité va dépendre directement de la microstructure de l'acier.

L'évolution du relief au niveau de la phase ferritique est différente de ce qui est observé pour un acier inoxydable ferritique [Man04]. Tout d'abord, dans les aciers monophasés, les extrusions sont observées dès les premiers cycles, ce qui n'est pas le cas pour l'acier duplex étudié. Ainsi, l'accommodation de la déformation plastique cyclique par la phase austénitique provoque un retard dans l'accommodation de la plasticité par la ferrite. De plus, pour les aciers monophasés, est observée une croissance continue de la hauteur des extrusions avec l'augmentation du nombre de cycles [Pol03]. Pour l'acier duplex (Figure 25), la croissance est stoppée.

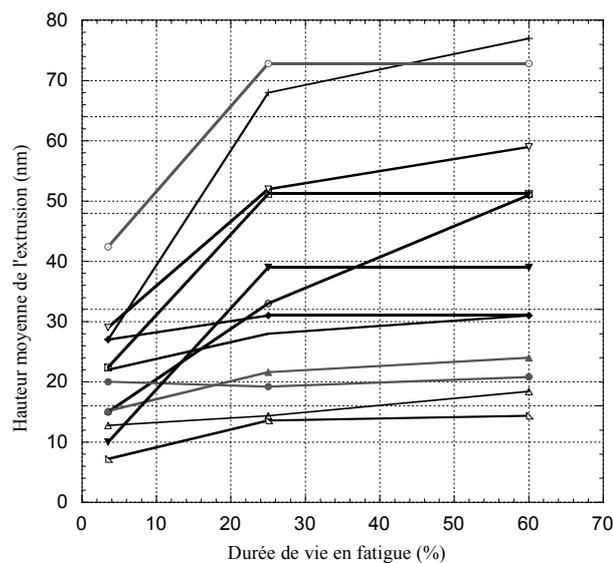


Figure 25 : évolution de la hauteur de différentes extrusions présentes à la surface de la phase ferritique, au cours de l'essai

Cette différence peut être expliquée par la présence des zones de haute rugosité, qui très rarement observées dans le cas des aciers monophasés [Man04], est une forme d'accommodation de la déformation plastique par la phase ferritique de l'acier duplex.

Ces observations mettent en évidence que la ferrite, contrairement à l'austénite, ne conserve pas son comportement intrinsèque.

Les observations et analyses AFM de la surface de chaque phase montrent que la réponse macroscopique de l'acier BAö911, sous sollicitation cyclique à forte amplitude de déformation, provient initialement exclusivement de la réponse de la phase austénitique. La fin de la période de durcissement correspond à l'émergence des premières extrusions en surface des grains d'austénite, seule phase qui, à ce stade, accommode la déformation plastique. Une fois la contrainte stabilisée, la réponse correspond à l'accommodation de la déformation par l'austénite mais aussi par la ferrite. Cependant, elle n'est pas la simple somme de l'apport des deux phases puisque l'accommodation de la plasticité par la ferrite va dépendre non seulement de la microstructure (forme, taille, disposition des grains, orientation cristallographique), mais aussi de la plasticité accommodée au niveau de l'austénite.

Quantification de la déformation plastique irréversible à partir d'analyses AFM

Les analyses par AFM (observations et mesures), couplées aux analyses EBSD permettent une meilleure compréhension du rôle de chaque phase dans l'accommodation de la plasticité cyclique. Reste à quantifier la plasticité accommodée par chaque phase à partir des analyses de la rugosité provoquée par la déformation plastique. Au niveau de l'austénite, les extrusions sont la marque en surface de l'accommodation de la plasticité. Leur géométrie est relativement bien définie et mesurable par AFM. Ainsi, la déformation accommodée par l'austénite peut être quantifiée [Man02, Pol03, Sal08]. En revanche, au niveau de la ferrite, la rugosité créée par l'accommodation de la déformation plastique est très variée et des quantifications sont difficilement envisageables (pour les zones de haute rugosité ou pour les extrusions de type corde).

Dans le cadre de la thèse de D. Salazar [Sal08], pour comprendre le rôle de chaque phase dans l'accommodation de la plasticité à faibles amplitudes de déformation,

nous avons développé un indicateur permettant de quantifier la plasticité accommodée au niveau de la phase austénitique.

Expériences et analyses AFM effectuées

Les observations au microscope électronique à balayage et à transmission tendent à montrer, pour les aciers duplex, la « non participation » de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique à faible amplitude de déformation. Ainsi, seule l'austénite accommoderait la déformation plastique. Nous avons voulu vérifier, par les analyses AFM, « l'inactivité » de la ferrite.

Des essais de fatigue de l'acier B0A911 ont été menés à faible taux de déformation, $\Delta\varepsilon_t = 0,5\%$, ce qui correspond à une amplitude de déformation plastique à mi-durée de vie de 0.044%. Seule l'austénite présente une évolution de surface significative : des bandes de glissement, des extrusions et des morphologies mixtes (bandes de glissement et extrusions). A la surface de la ferrite, ne sont observées que quelques bandes de glissement (de hauteur de quelques nanomètres au maximum), similaires à celles présentes sous sollicitation monotone et qui ne correspondent pas à la trace d'une accommodation de la déformation plastique [Nak00]. Ces analyses qualitatives tendent à confirmer la « non participation » de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique à faible amplitude de déformation. Pour vérifier l'inactivité de la ferrite, le comportement sous sollicitation cyclique du matériau a été étudié en faisant varier, par traitement thermique, la dureté de la ferrite sans affecter celle de l'austénite : une ferrite de dureté équivalente à celle de l'austénite (matériau hypere trempé noté HT), une ferrite ayant une dureté plus importante (matériau hypere trempé puis vieilli à 475 °C pendant 200 heures, noté HTV). Ainsi, ces deux conditions de traitement thermique permettent de comparer l'accommodation de la déformation plastique cyclique de l'austénite, noyée dans deux matrices ferritiques de résistance mécanique différente. Sous sollicitation cyclique à faible taux de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,5\%$), les deux matériaux présentent des propriétés macroscopiques similaires notamment en terme de déformation plastique cumulée. Les analyses AFM de la surface montrent une légère différence entre les deux conditions. Une très légère évolution au niveau de la surface de la phase ferritique peut être observée pour le matériau hypere trempé (présence de bandes de glissement), tandis que pour le matériau HTV (ferrite de dureté importante), la topographie de la surface de la ferrite n'évolue pas (Figure 26).

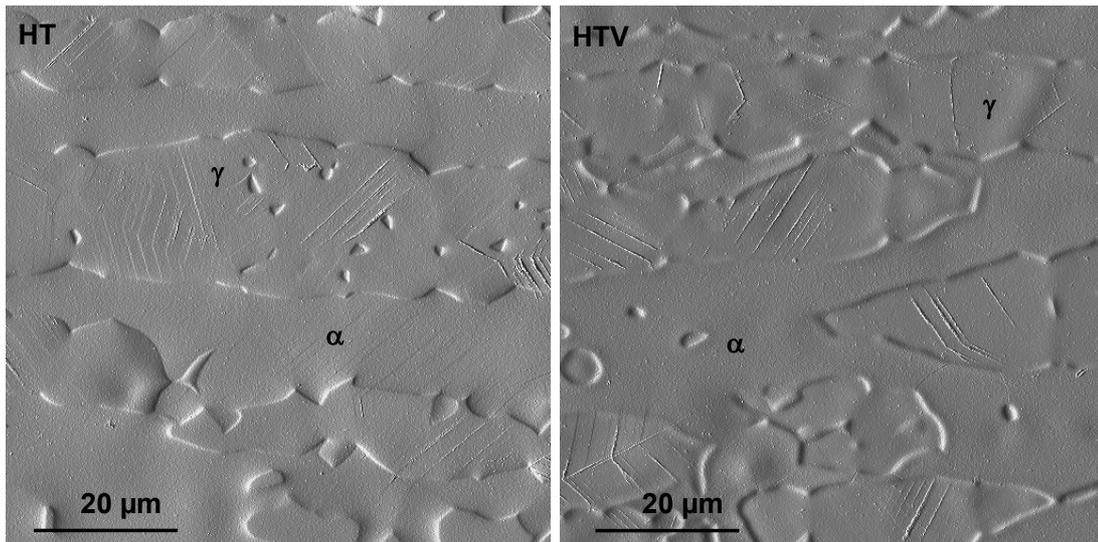


Figure 26 : surface après sollicitation cyclique du matériau suivant le traitement thermique effectué (essais à rupture, $\Delta\varepsilon_t = 0,5\%$, images en mode erreur)

Au niveau de la phase austénitique, sur une surface de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$ représentative du matériau (observée à partir de plusieurs images AFM), différents paramètres de rugosité de surface ont été mesurés afin de comparer les deux conditions [Sal08]. Le nombre de grains austénitiques actifs par rapport au nombre de grains austénitiques total est similaire pour les deux conditions. En revanche, les distributions (Figure 27) du nombre de grains actifs comportant les différentes morphologies (bandes de glissement, extrusions, morphologies mixtes) apparaissent différentes. La proportion des grains actifs contenant des extrusions comparée à celle comportant la morphologie mixte (extrusion et bande de glissement) est plus importante dans le cas du matériau hypertrempé et vieilli (HTV). Ceci tend à montrer que dans ce cas l'accommodation de la déformation plastique cyclique par l'austénite serait plus importante.

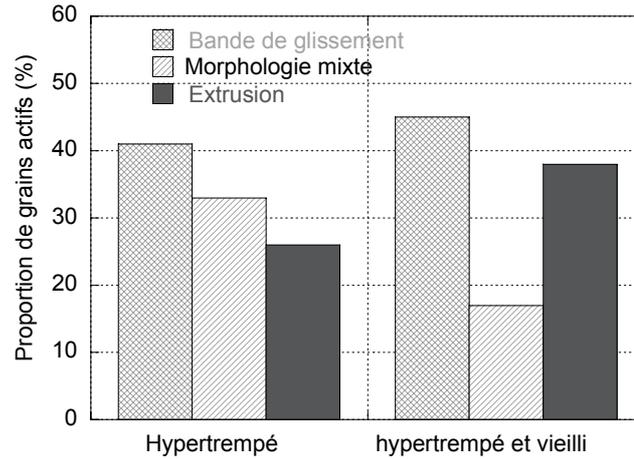


Figure 27 : distribution des grains actifs suivant la morphologie de rugosité présente à leur surface

Cette conclusion doit être pondérée par d'autres facteurs : le nombre d'extrusions par grain, la largeur des extrusions, conditionnée par la taille des grains [Cre01], la hauteur des extrusions qui dépend de la taille et forme des grains [Man02] et de l'orientation cristallographique du grain [Man02, Vil02, Gir02]. La quantification de la déformation plastique devra tenir compte de ces différents paramètres.

Calcul de la quantification de la déformation plastique cyclique accommodée par l'austénite

L'objectif est de quantifier la déformation plastique cyclique accommodée par la phase austénitique et ceci à partir des mesures AFM. Les images AFM permettent sans ambiguïté de différencier une extrusion (déformation cyclique) d'une bande de glissement (déformation monotone). La hauteur et la largeur d'une extrusion peuvent être mesurées précisément. En revanche, la mesure de l'épaisseur n'est pas fiable, notamment à cause de la présence possible au pied des extrusions d'intrusions et de leur inclinaison [Pol03]. Par les analyses EBSD, il est possible de connaître la taille et la forme des grains. De plus, les mesures d'AFM sont possibles sur des surfaces suffisamment larges, permettant ainsi de travailler sur une surface représentative de la cristallographie du matériau (en effectuant une mosaïque). Ainsi, l'indicateur permettant la quantification de la déformation plastique cyclique, que nous avons développé [Sal08] s'appuie sur l'analyse des extrusions au niveau des

grains. Il dépend de la géométrie des extrusions (hauteur moyenne et largeur) et de la taille de chacun des grains.

Pour estimer la déformation plastique accommodée au niveau du matériau, on se place tout d'abord dans le cas « idéal » du monocristal.

Si un monocristal est soumis à un chargement en traction (supérieur à sa limite d'élasticité), puis à un déchargement (retour à la charge nulle) (Figure 28), il subit une déformation irréversible, γ , qui en surface va se traduire par une marche, conséquence de l'intersection de dislocations, qui glissent, avec la surface libre.

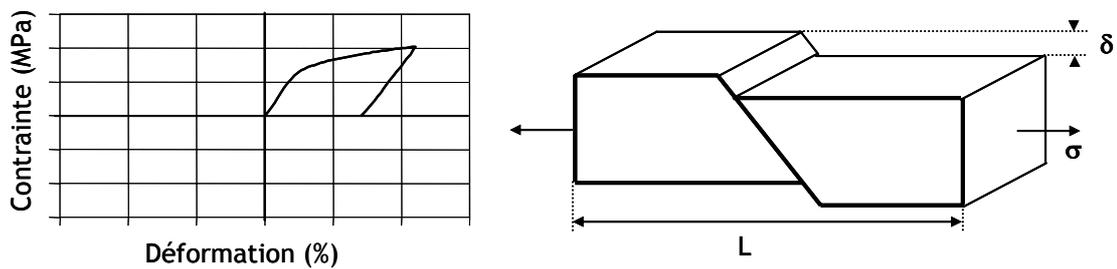


Figure 28 : déformation plastique suite à un chargement en traction, suivi d'un déchargement

On a alors, en considérant δ , la hauteur de la marche et L, la longueur du monocristal :

$$\gamma = \frac{\delta}{L}$$

Si maintenant, on sollicite le même monocristal en compression, puis déchargement, on obtient un cycle d'essai de fatigue (Figure 29).

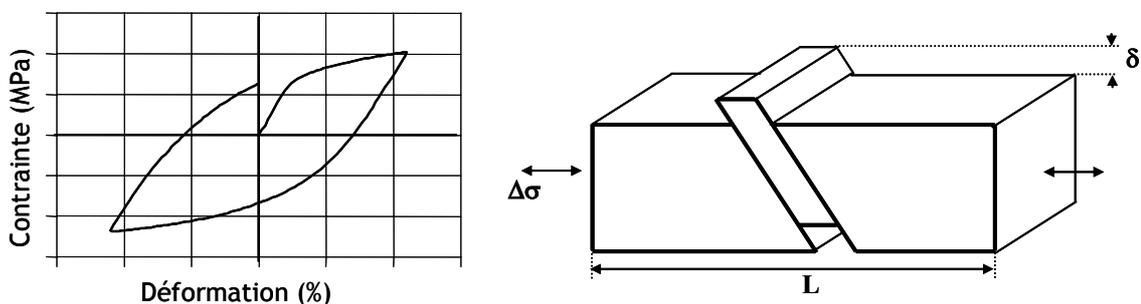


Figure 29 : déformation plastique suite à un chargement en traction, puis en compression, puis un déchargement

Le glissement peut en compression déplacer un volume de matière adjacent à celui activé en traction ce qui donnera lieu à la formation d'un relief de hauteur δ en surface. La déformation plastique sera égale alors au double de celle estimée en traction simple :

$$\gamma = \frac{2|\delta|}{L}$$

Afin de calculer la déformation plastique cyclique au niveau du monocristal, $\gamma^{irrev.}$, il faut tenir compte de l'apport de toutes les extrusions :

$$\gamma^{irrev.} = \frac{\sum_{j=1}^m 2|\delta_j|}{L}$$

m représentant le nombre d'extrusions.

Les matériaux que nous étudions sont des polycristaux. Les extrusions créées suite à une déformation plastique ne traversent pas l'ensemble du matériau mais sont propres à un grain. On va s'attacher à déterminer la contribution à la déformation plastique des extrusions au niveau d'un grain. Les extrusions sont présentes à l'intérieur du grain, leur largeur étant limitée par les joints de grain, mais aussi par leur position au sein d'un grain (Figure 30, cas a_1 et a_2). On observe aussi que certaines extrusions (a_3) ne traversent pas tout un grain.

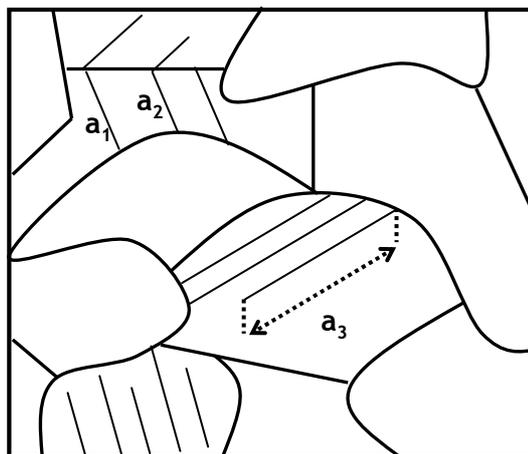


Figure 30 : représentation schématique d'extrusions au niveau de la surface des grains

Ainsi, il a été nécessaire, pour prendre en compte la largeur de l'extrusion, de la normer par rapport à la taille du grain. Le paramètre utilisé est le diamètre du grain, noté d_{grain} .

La largeur normée d'une extrusion ($a^{norm.}$) est :

$$a^{norm.} = \frac{a}{d_{grain}}$$

avec a la largeur de l'extrusion.

Au niveau d'un grain, la déformation plastique $\gamma_{grain}^{norm.}$ peut être alors évaluée comme la contribution de toutes les extrusions (r extrusions) en tenant compte de leur largeur :

$$\gamma_{grain}^{norm.} = \frac{\sum_{i=1}^{i=r} 2|\delta_i|a_i^{norm.}}{d_{grain}}$$

Si maintenant, on considère la surface d'analyse, la déformation plastique cyclique $\gamma^{irrev.}$ est déterminée à partir de la contribution de chacune des extrusions pour l'ensemble des grains :

$$\gamma^{irrev.} = \frac{\sum_{i=1}^p 2|\delta_i|a_i^{norm.}}{\sum_{k=1}^{k=g} d_{grain_k}}$$

avec p le nombre d'extrusions au niveau de la surface et g le nombre de grains.

Résultats

Pour les deux conditions de traitement thermique, nous avons comparé la déformation plastique macroscopique cumulée (calculée à partir des courbes contrainte vs déformation) et la déformation plastique cyclique accommodée par la phase austénitique, calculée à partir des analyses AFM des extrusions et selon le calcul présenté précédemment (Tableau 3). La surface analysée représentative du matériau est de $435\mu\text{m} \times 145\mu\text{m}$.

	Déformation plastique cumulée calculée à partir des courbes déformation / contrainte	Indicateur de la déformation plastique cyclique accommodée par l'austénite, calculée à partir des analyses AFM
Hypertrempé : HT	2288 %	2207 10 ⁻⁶
Hypertrempé et vieilli : HTV	2381 %	2782 10 ⁻⁶ (+ 25 %)

Tableau 3 : calcul de la déformation plastique cyclique accommodée

On observe que la contribution de l'austénite à l'accommodation de la déformation plastique est 25% plus grande dans le cas du matériau hypertrempé et vieilli. Ce résultat peut s'expliquer par la dureté élevée de la ferrite pour cette condition et donc son incapacité à se déformer plastiquement. Les déformations plastiques macroscopiques cumulées étant équivalentes pour les deux conditions, ce résultat montre une activité de la ferrite à l'accommodation de la plasticité cyclique dans le cas du matériau hypertrempé, même si cette accommodation ne se manifeste pas par la présence d'extrusions mesurables par AFM. Ainsi, cette analyse remet en cause « l'inactivité » de la ferrite sous sollicitation cyclique à bas taux de déformation.

Conclusion

Les études précédemment décrites ont montré l'intérêt des analyses et observations AFM pour mieux comprendre les mécanismes d'accommodation de la déformation plastique et de l'endommagement des matériaux métalliques. L'échelle des analyses effectuées par AFM permet à la fois d'avoir des données locales de la déformation (au niveau du grain, de l'extrusion), mais aussi d'avoir des données mésoscopiques, au niveau de la phase et du matériau. Le lien entre la déformation plastique et l'endommagement d'une part et la microstructure d'autre part est possible par des analyses MEB-EBSD. Ces analyses ont permis non seulement de comprendre l'activité de chaque phase mais aussi d'étudier l'impact de la microstructure (taille de grain, orientation cristallographique, répartition des phases), sur l'accommodation de la plasticité et donc sur le comportement global du matériau.

Pour un acier duplex, concernant la fatigue oligocyclique à faible amplitude de déformation, il a été montré, en faisant varier la dureté de la ferrite, que la réponse

macroscopique à la sollicitation cyclique de l'acier duplex hypertrempé résulte de la contribution effective des deux phases, α et γ , contrairement à ce qui est proposé dans la littérature. En réalisant des essais de fatigue à amplitude de déformation élevée et interrompus à différents pourcentages de la durée de vie, des mécanismes d'amorçage de fissure ont pu être proposés. En fonction de la morphologie des îlots d'austénite, de leur répartition et de leur cohérence cristallographique avec la matrice ferritique, certaines extrusions au niveau de l'austénite peuvent générer des zones de haute rugosité dans la ferrite, à la frontière α/γ , qui constituent les sites d'amorçage de fissures au niveau la phase ferritique. De plus, l'interactivité des deux phases est de nouveau démontrée dans le mécanisme de plasticité cyclique par le transfert progressif de la plasticité de la phase austénitique vers la phase ferritique. L'ensemble des résultats suggère que la plasticité cyclique des aciers duplex est accommodée progressivement et de manière interactive par les deux phases α et γ . De ce fait, la séparation du comportement en fatigue en régimes différents, concept mettant en avant une activité ou passivité de chaque phase selon la déformation imposée, semble être une approche simplifiée ne reflétant pas nécessairement le comportement réel de ce matériau biphasé. L'importance de la microstructure (taille des îlots d'austénite, répartition et cohérence cristallographique) sur la formation de zones de haute rugosité au niveau de la ferrite et donc de sites préférentiels de fissuration permet d'envisager une amélioration de la tenue de ces aciers par une modification de leur microstructure. Ces études ont montré la complexité et diversité des reliefs formés sous sollicitation cyclique à la surface de la ferrite. Ainsi, l'indicateur permettant l'évaluation de l'accommodation de la déformation plastique cyclique par la phase austénitique n'est pas adapté pour décrire celle au niveau de la ferrite. Une étude fine des reliefs (leurs caractéristiques géométriques, les mécanismes de déformation mis en jeu en coeur du matériau) doit être effectuée avant de pouvoir, comme nous l'avons fait pour l'austénite, quantifier la déformation au niveau de la ferrite.

Références

[Aig07] Aigouy L., De Wilde Y., Frétiigny C., Les nouvelles microscopies : à la découverte du nanomonde, Belin, 2007

- [Alv07] Alvarez-Armas I., Marinelli M.C., Malarri'a J.A., Degallaix S., Armas A.F., Microstructure associated with crack initiation during low-cycle fatigue in a low nitrogen duplex stainless steel, *International Journal of Fatigue* 29, 758-764, 2007
- [Bar09] El Bartali A., Aubin V., Degallaix S., Surface observation and measurement techniques to study the fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel, *International Journal of Fatigue* 31, 2049-2055, 2009
- [Bug01] Bugat S., Besson J., Gourgues A.F., N'Guyen F., Pineau A., Microstructure and damage initiation in duplex stainless steels, *Materials Science and Engineering A* 317, 32-36, 2001
- [Cou99] Coupeau C., Bonneville J., Matterstock B., Grilhé J., Martin J-L., Slip line analysis in Ni₃Al by atomic force microscopy, *Scripta Materialia* 41, 945-950, 1999
- [Cre01] Cretegnny L., Saxena A., AFM characterization of the evolution of surface deformation during fatigue in polycrystalline copper, *Acta Materialia* 49, 3755-3765, 2001
- [Dia00] Dias A., Andrade M.S., Atomic force and magnetic force microscopies applied to duplex stainless steels, *Applied Surface Science* 161, 109-114, 2000
- [Fre06] Frechard S., Martin F., Clement C., Cousty J., AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering A* 418, 312-319, 2006
- [Gir04] Girones A., Villechaise P., Mateo A., Anglada M., Mendez J., EBSD studies on the influence of texture on the surface damage mechanisms developed in cyclically loaded aged duplex stainless steels, *Materials Science and Engineering A* 516, 387-389, 2004
- [Hav94] Harvey S.E., Marsh P.G., Gerberich W.W, Atomic force microscopy and modeling of fatigue crack initiation in metals, *Acta Metallurgica et Materialia* 42, 3493-3502, 1994
- [Hei01] Heino S., Karlsson B., Cyclic deformation and fatigue behaviour of 7Mo-0.5N superaustenitic stainless steel - stress-strain relations and fatigue life, *Acta Materialia* 49, 339-351, 2001
- [Kra05] Kramer D.E., Savage M.F., Levine L.E., AFM observations of slip band development in Al single crystals, *Acta Materialia* 53, 4655-4664, 2005
- [Man04] Man J., Petrenec M., Obertlik K., Polak J., AFM and TEM study of cyclic slip localization in fatigued ferritic X10CrAl24 stainless steel, *Acta Materialia* 52, 5551-5561, 2004

- [Man03] Man J., Obrtlík K., Polak J., Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM, *Materials Science and Engineering A* 351, 123-132, 2003
- [Man02] Man J., Obrtlík K., Blochwitz C., Polak J., Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel, *Acta Materialia* 50, 3767-3780, 2002
- [Men08] Ménard M., Olive J-M, Brass A-M., Aubert I., Effects of hydrogen charging on surface slip band morphology of a type 316L stainless steel, *Environment-Induced Cracking of Materials*, 179-188, 2008
- [Nak00] Nakai, Y., Ohnishi K., Kusakawa T., Observations of fatigue slip-bands and stage I crack-initiation process in a-brass using scanning atomic microscopy. ASTM Special technical publication, 122-135, 2000
- [Pol03] Polak J., Man J., Obrtlík K., AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation, *International Journal of Fatigue* 25, 1027-1036, 2003
- [Ris03] Risbet M., Feaugas X., Guillemer-Neel C., Clavel M., Use of atomic force microscopy to quantify slip irreversibility in a nickel-base superalloy, *Scripta Materialia* 49, 533-538, 2003
- [Sal08] Salazar D., Etude du partage de la plasticité cyclique d'un acier duplex par microscopie à force atomique, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2008
- [Ser08] Serre I., Salazar D., Vogt J-B., Atomic Force Microscopy investigation of surface relief in individual phases of deformed Duplex Stainless Steel, *Materials Science & Engineering A* 492, 428-433, 2008
- [Tai06] Taisne A., Décamps B., Priester L. Role of interfaces in duplex stainless steel deformation micromechanisms, *Composite Interfaces* 13, 89-102, 2006
- [Vig05] Vignal V., Finot E., Oltra R., Lacroute Y., Bourillot E., Dereux A., Mapping the 3D-surface strain field of patterned tensile stainless steels using atomic force microscopy, *Ultramicroscopy* 103, 183-189, 2005
- [Vil02] Villechaise P., Sabatier L., Girard J.C., On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy, *Materials Science and Engineering A* 323, 377-385, 2002
- [Vog01] Vogt J-B., Fatigue properties of high nitrogen steels, *Journal of Materials Processing Technology* 117, 364-369, 2001

**Fragilisation par les métaux
liquides étudiée à partir de
l'essai Small Punch Test**

Introduction

Dans ce chapitre, je discuterai la pertinence de l'essai Small Punch Test pour l'étude de la fragilisation par les métaux liquides (FML). Mes travaux portant sur la Fragilité par les Métaux Liquides (FML) et l'Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML) s'inscrivent, initialement, dans le cadre de l'étude de la tenue des matériaux de structure pour les réacteurs hybrides dédiés à la transmutation des déchets radioactifs de haute activité à longue durée de vie. Ces réacteurs hybrides sont sous-critiques ; la transmutation des éléments se fait en présence d'une source de neutrons de spallation. Cette source de neutrons est alimentée par une cible de spallation bombardée par un faisceau de protons. La cible de spallation prévue est l'eutectique Plomb-Bismuth. L'objet des recherches est l'étude et la compréhension de la tenue mécanique et de l'endommagement des aciers de structure qui seront en contact avec le Plomb-Bismuth dans de tels réacteurs. Actuellement, cette thématique de recherche s'élargit vers d'autres couples matériaux / métal liquide liés à d'autres applications mais aussi à la compréhension des mécanismes mis en jeu lors de la FML ou l'EAML.

Seront explicités tout d'abord ce que sont la Fragilisation par les Métaux Liquides (FML) et l'Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML). Puis je présenterai l'essai de Small Punch Test et la pertinence de cet essai par rapport à l'étude du risque de FML et l'étude de l'EAML.

Fragilisation par les Métaux Liquides (FML)

La fragilisation par les métaux liquides (FML) est définie comme la perte de ductilité d'un alliage métallique du fait de la présence d'un métal liquide. La présence de métal liquide provoque la rupture fragile d'un matériau réputé ductile à l'air. On parle de transition ductile / fragile provoquée par la présence de métal liquide. Cette fragilisation, dont les mécanismes ne sont pas tous clairement définis, mène à une rupture fragile intergranulaire, transgranulaire ou mixte suivant le couple matériau/métal liquide [Kam73, Old80, Sto82, Lyn88, Fer94, Jos99], sans que le mode de rupture dépende exclusivement de la nature chimique du couple étudié [Cle03]. La FML a été observée pour différents couples matériau/métal liquide [Sto82, Ske94, Fer96]. Cependant un alliage métallique réputé pour ne pas être

fragilisé par un métal liquide, peut s'avérer être sensible à la FML dans des conditions particulières de température, de traitement thermique, de chargement mécanique, d'interface, de vieillissement en contact avec le métal liquide [Ske94, Fer94, Fer96, Fer97, Jos99, Leg00, Cle03, Gla04, Gam06, Ham08, Van08]. Dans certains cas, une attaque des joints de grain par le métal liquide est observée ; c'est notamment le cas de la fragilisation de l'aluminium en présence de gallium liquide [Nam09]. Cependant, une fragilisation des joints de grain par le métal liquide n'est pas nécessaire à l'apparition de la FML ; d'ailleurs, la FML est observée pour des matériaux monocristallins [Kam73, Lyn85].

Il semble avéré que le processus menant à la FML requiert un contact direct entre le matériau et le métal liquide, qui permet soit une diffusion du métal fragilisant dans le matériau, notamment au niveau des joints de grain, soit une diminution de l'énergie de surface par adsorption des atomes du métal fragilisant à la surface du matériau, soit une localisation de l'émission de dislocations en pointe de fissure. La présence d'une couche d'oxyde native peut être suffisante pour empêcher la fragilisation [Nic61, Aug05]. Cependant, selon les couples alliage métallique / métal liquide fragilisant, lors de la phase de propagation de la fissure, la non présence de métal liquide en pointe de fissure permet de stopper ou non la propagation d'une fissure fragile [Sto63, Cle03]. On peut ainsi différencier les matériaux suivant que la FML est contrôlée par la phase d'amorçage ou la phase de propagation de la fissure [Kam73]. De plus, la FML est associée à une localisation de la déformation plastique, qui entraîne une concentration locale des contraintes. Cette concentration des contraintes peut être provoquée soit par la présence d'une entaille macroscopique mais surtout microscopique [Nic01, Ver05], soit par la rugosité de la surface du matériau et notamment la formation en surface de bandes de glissement ou d'extrusions, soit par la présence d'obstacles au sein de la microstructure du matériau (précipités, joints de grain, structure en latte) qui vont gêner le mouvement des dislocations.

Deux conditions semblent nécessaires à l'apparition de FML : un contact direct métal solide / métal liquide et une concentration locale des contraintes. Ces deux paramètres vont dépendre de différents facteurs, qui accentuent pour un même couple métal solide / métal liquide le risque de FML : microstructure, dureté, présence de couche d'oxyde, pouvoir oxydant du bain de métal liquide (présence

d'oxygène dissous pouvant réagir avec l'alliage métallique solide), géométrie de la surface, type de sollicitation, température,

Généralement, on observe que la perte de ductilité provoquée par la FML se traduit lors d'un essai de traction par une diminution de l'allongement à la rupture, cependant que les courbes à l'air et dans le milieu liquide sont similaires jusqu'à la rupture prématurée dans le milieu liquide [Sto82, Fer94, Ske94, Jos99, Nic01, Cle03]. Cette similitude semble indiquer que les propriétés volumiques du matériau (module d'Young, limite d'élasticité, écrouissage) ne sont pas influencées par la présence de métal liquide.

Ainsi, le risque de fragilisation par les métaux liquides est généralement étudié à partir d'essais de traction [Ske94, Tho94, Fer97, Leg00, Nic01, Gue03, Aug04, Van06, Dai06] pour lesquels le ratio surface sur volume est faible, ce qui risque de masquer une modification des propriétés du matériau par le métal liquide, modification qui a lieu à l'interface métal solide / métal liquide. Il semble, ainsi, plus approprié pour l'étude de la FML de mettre en oeuvre des essais qui permettent de mettre en valeur les phénomènes ayant lieu à l'interface entre le métal solide et son environnement (métal liquide) :

- essai de traction monotone avec des éprouvettes entaillées [Tho94, Fer97, Nic01, Van06],
- essai de flexion [Lyn85, Tho94, Ler02, Gla04, Gam06],
- essai de la mécanique de la rupture [Lon08, Ham08, Med08, Van09].

Les essais de la mécanique de la rupture ont été effectués suite à un pré-traitement : décapage de la couche d'oxyde native de l'acier puis dépôt du métal liquide (mélange eutectique de Plomb-Bismuth ou Mercure), pré-fissuration en fatigue dans le métal liquide. Ces post-traitements de surface permettent le contact entre le matériau et le métal liquide et donc la mise en évidence et l'étude de la FML. Les essais de flexion (3 ou 4 points) ont été menés avec des éprouvettes entaillées. De plus, la majorité des essais de flexion en métal liquide ont été effectuée dans le cadre d'études de corrosion : la tenue à la corrosion en présence de métal liquide, l'impact sur la tenue mécanique d'une dégradation de surface due à des phénomènes de corrosion en métal liquide. L'utilisation d'éprouvettes de traction entaillées a notamment été développée au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux [Leg00, Nic01] pour l'étude du risque de Fragilisation par les Métaux Liquides de l'acier martensitique T91 en contact avec du Plomb ou l'eutectique Plomb-Bismuth liquide, étude menée dans le cadre du GdR CNRS GEDEON

(actuellement GEDEPEON) et du 4^{ème} PCRD TECLA. En considérant des éprouvettes entaillées, c'est non seulement une triaxialité des contraintes que l'on génère, mais aussi une couche écrouie provoquée par l'usinage qui, fragile, se fissure en présence de métal liquide au niveau du fond de l'entaille [Nic01, Dai06]. Cette fissuration permet la formation dans le métal liquide de « surfaces fraîches » c'est-à-dire de surfaces d'acier sans oxyde, permettant un contact direct entre le métal liquide et l'acier T91. Etudier le risque de FML avec des éprouvettes entaillées pose plusieurs questions : est-ce que la fragilisation aurait lieu pour un échantillon ne comportant au départ aucune entaille ou amorce de fissure ? Est-ce que la présence d'une entaille et celle de contraintes triaxiales sont nécessaires à la transition de ductile à l'air, à fragile dans le métal liquide ? Au vu des résultats, il semblerait que non ; la fragilisation est provoquée par la formation de surfaces fraîches en contact direct avec le métal liquide.

Afin de répondre à ces questions et d'étudier non seulement le risque de FML pour un couple alliage métallique / métal liquide, mais aussi l'influence des conditions d'interface métal / métal liquide sur les phénomènes de FML, nous avons cherché à développer un essai plus pertinent que l'essai de traction pour l'étude de la FML. Ainsi, reprenant les avantages d'un essai de flexion pour lequel les contraintes sont maximales au niveau de la surface de l'échantillon, nous avons adapté l'essai de Small Punch Test, qui fait intervenir des éprouvettes lisses, sans entaille [Ser07].

Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML)

La FML conduit d'une rupture ductile à l'air, à une rupture fragile en présence de métal liquide. Lorsque la présence de métal liquide influence l'endommagement des matériaux sans pour autant que l'on observe une transition d'un mode de rupture ductile à un mode de rupture fragile, nous parlons d'Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides (EAML). L'EAML peut se manifester non seulement lors de sollicitation monotone mais aussi de sollicitation cyclique. Verleene [Ver05] a étudié le comportement sous sollicitation cyclique (fatigue oligocyclique) de l'acier martensitique T91 à l'air et en LBE. La durée de vie en fatigue en présence de LBE est plus faible que celle obtenue à l'air sans pour autant que la nature (ductile ou fragile) du matériau soit modifiée par l'environnement. On parle alors d'EAML.

Le terme FML étant souvent employé pour toutes modifications des propriétés mécaniques d'un matériau en présence de métal liquide, la distinction entre FML et

EAML n'est pas toujours effectuée. Cependant, la distinction nous semble très importante car les mécanismes physiques mis en jeu dans les deux cas ne sont pas nécessairement identiques.

Modèles expliquant la FML et l'EAML

Deux familles de modèles de la FML (et l'EAML) existent suivant que soit prise en compte ou non la diffusion du métal liquide dans l'alliage métallique solide.

Les observations de cas de rupture par métal liquide montrent que celles-ci sont instantanées, ce qui laisse supposer que les phénomènes de diffusion en sont absents ou du moins pas essentiels. Cependant, certains alliages métalliques (Aluminium en présence de Gallium) subissent une attaque chimique par les métaux liquides, ce qui entraîne une dégradation du comportement mécanique de l'alliage en dehors même de l'application de sollicitation mécanique. Pour certains alliages, cette attaque et donc la dégradation de leur tenue mécanique sont amplifiées ou déclenchées par l'application d'une sollicitation mécanique. Les modèles rendant compte de ce type de mécanismes prennent alors en compte les phénomènes de diffusion du métal liquide.

Les modèles sans diffusion

Modèles s'appuyant sur la réduction de l'énergie de surface ou sur la fragilisation des liaisons inter-atomiques (Rehbinder, Stolof, Johnson, Westwood, Kamdar, Kelly)

Les premiers modèles s'appuient sur le fait que l'énergie de surface γ_s d'un métal est réduite par l'adsorption de métal liquide. On considère alors le critère de Griffith qui permet de décrire la rupture fragile d'alliages métalliques :

$$\sigma_{cl} = 2\sqrt{\frac{E\gamma_s}{\pi a}}$$

avec σ_{cl} la contrainte nécessaire pour propager une fissure fragile c'est-à-dire par clivage, E le module d'Young du matériau et a la longueur de la fissure. La présence de métal liquide provoque une réduction de l'énergie de surface γ_s et donc une

diminution de la contrainte σ_{cl} et ainsi une rupture fragile prématurée du matériau métallique.

Il est possible de prendre en compte l'énergie plastique dissipée en fond de fissure, ce que ne permet pas le modèle de Griffith, en considérant comme supposé par Orowan que :

$$\sigma_{cl} = 2\sqrt{\frac{E\gamma_t}{\pi a}}$$

avec $\gamma_t = \gamma_p + \gamma_s$ avec γ_p représentant l'énergie plastique dissipée par unité de surface au cours de la propagation de la fissure. En général, γ_p est très grand devant γ_s même si elle en est, généralement, une fonction croissante. σ_{cl} peut donc s'écrire :

$$\sigma_{cl} = 2\sqrt{\frac{E\gamma_s}{(\pi - \beta)a}}$$

avec β , constante du matériau, qui dépend des propriétés plastiques du matériau. Lorsque le matériau est ductile c'est-à-dire que son coefficient d'écroutissage est faible, β tend vers π . Une réduction de l'énergie de surface aura alors une faible importance vis-à-vis de l'énergie élastique. Ce modèle tend à montrer que la FML s'adresse en priorité à des matériaux peu ductiles.

Ces modèles ont été étendus à l'échelle atomique en introduisant plus précisément une composante plastique. Il est alors considéré que la présence de métal liquide fragilise les liaisons inter-atomiques. En effet, l'adsorption d'un atome de métal liquide engendre un réarrangement électronique conduisant à une diminution des forces de cohésion des liaisons inter-atomiques, ce qui entraîne une diminution non seulement de la contrainte de cohésion mais aussi localement de la contrainte critique τ_c entraînant le déplacement des dislocations (limite d'élasticité en cisaillement). Cependant, la réduction de τ_c ne provoque que peu d'effets sur la contrainte de cisaillement macroscopique. En effet, celle-ci dépend essentiellement des propriétés en volume du matériau et ne peut pas être très sensible à un effet de surface, un effet d'écran étant créé par les premières couches atomiques. Ainsi, c'est la diminution de la contrainte de cohésion en présence de métal liquide qui conduit à une rupture fragile du matériau.

Ces modèles rendent compte de ruptures fragiles en présence de métal liquide pour des matériaux présentant un comportement ductile à l'air. Ils explicitent les

phénomènes de Fragilisation par les Métaux Liquides. Cependant, ils ne rendent pas compte de ruptures ductiles prématurées ou facilitées en présence de métal liquide.

Modèle de Lynch

Ce modèle est basé sur le fait que l'adsorption d'un atome de métal liquide en pointe de fissure facilite l'émission de dislocations et va donc influencer la contrainte de cisaillement de l'alliage métallique. L'influence de l'adsorption de métal liquide n'est que de quelques distances inter-atomiques. Ainsi ce sont seulement la nucléation et le déplacement des dislocations en pointe de fissure qui seront modifiés.

A l'air (ou milieu inerte), de nombreuses sources de dislocations sont activées en avant du front de fissure, créant une large zone de déformation plastique en avant de la fissure (Figure 1). Peu de dislocations sont formées exactement en pointe de fissure. La majorité des dislocations participe à la déformation plastique autour de la fissure, engendre l'ouverture de la fissure (émoussement de la fissure) et contribue peu à l'avancée de la fissure. Dans la zone plastique, des cavités se créent au niveau d'hétérogénéité ou de particules de seconde phase. C'est la coalescence de ces microcavités qui provoque l'avancée de la fissure.

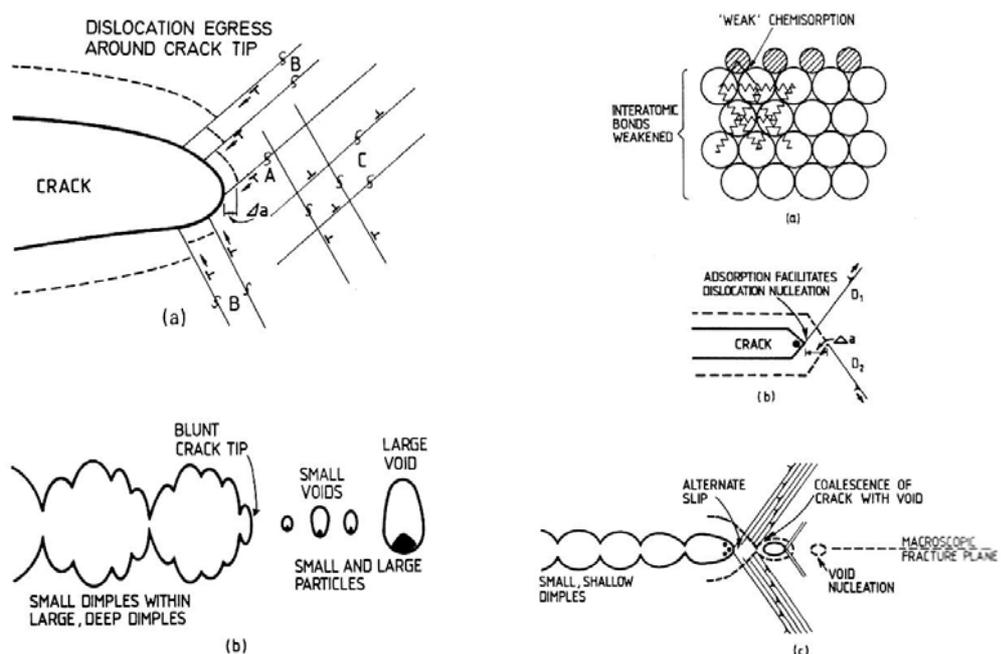


Figure 1 : mécanisme de propagation d'une fissure ductile en milieu inerte et sous l'effet de l'adsorption de métal liquide suivant le modèle de Lynch [Lyn88]

En présence de métal liquide, l'adsorption d'un atome de métal liquide en fond de fissure réduit localement la contrainte de cisaillement, nécessaire pour activer la déformation plastique, et ainsi facilite l'émission de dislocations. Des sources de dislocations en fond de fissure sont alors activées avant celles situées à l'avant de la fissure (qui seraient activées en milieu inerte). Les dislocations nucléées en fond de fissure sont localisées au niveau de plans de glissement favorables pour que la fissure se propage, et glissent de part et d'autre de la fissure. L'émission de dislocations en fond de fissure entraîne la propagation de la fissure, plutôt que son émoussement. La taille de la zone plastique et la déformation plastique à l'avant de la fissure sont donc réduites. Les cavités ne se créent non pas dans une zone en avant de la fissure mais juste en tête du fond de fissure. Ceci entraîne une réduction de la taille des cupules en milieu liquide.

Dans le cas de matériaux polycristallins, l'augmentation de l'émission et l'activité de dislocations en fond de fissure peuvent provoquer au niveau des joints de grain (ou sous joints de grain) un empilement de dislocations. De plus, l'adsorption de métal liquide, en favorisant l'émission de dislocations peut aussi engendrer l'activation d'un nombre plus important de systèmes de glissement. Ainsi, en augmentant la probabilité d'empilement de dislocations, la présence de métal liquide peut entraîner localement une concentration de la contrainte appliquée, pouvant mener à bloquer l'émission de dislocations et donc ne plus permettre au matériau localement de se déformer plastiquement. Le matériau peut alors devenir fragile, si les concentrations de contrainte permettent d'atteindre la contrainte critique de propagation de la fissure par clivage.

Les modèles avec diffusion

Les modèles avec diffusion peuvent être classés suivant l'effet chimique du métal liquide : la dissolution, la pénétration aux joints de grain et la formation d'intermétalliques.

La dissolution (Roberston, Glickman)

Ces modèles sont basés sur l'hypothèse qu'une dissolution du métal solide a lieu en pointe de fissure sous l'effet de la contrainte. Cette dissolution contribuerait à

l'avancée de la fissure. Notons que la dissolution étant un phénomène thermiquement activé, la fragilisation devrait augmenter avec la température, ce qui n'est en général pas le cas.

La pénétration aux joints de grain (Gordon, Glickman)

Ces modèles reposent sur la pénétration d'atomes de métal liquide au niveau des joints de grain (ou sous-joints de grain et arrangements de dislocations). Les atomes fragilisants, présents aux joints de grain vont limiter la déformation plastique et entraîner la fragilisation du matériau. Certains modèles considèrent que la diffusion de métal liquide s'accompagne du mouillage du matériau par le métal liquide aux joints de grain et donc à une diminution de l'énergie interfaciale aux joints de grain, ce qui conduit à leur fragilisation.

L'essai Small Punch test et l'adaptation à des essais en métaux liquides

L'essai Small Punch Test

L'essai Small Punch Test est un essai de micro-emboutissage d'une pastille cylindrique (de 250 à 500 μm d'épaisseur et de diamètre 3 à 8,9 mm) par une bille (généralement de diamètre 1 mm ou 2,5 mm) (Figure 2).

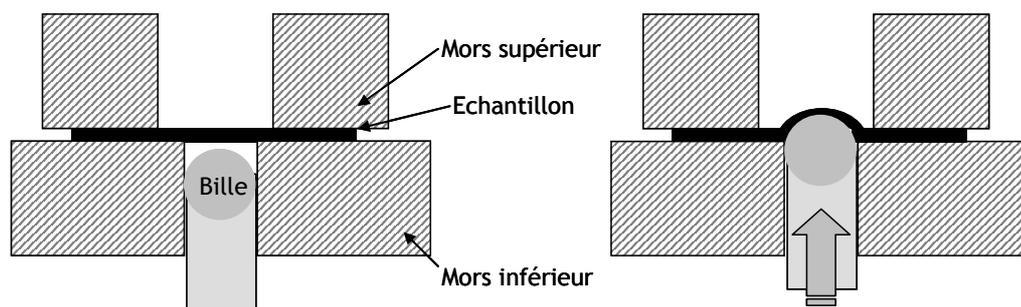


Figure 2 : principe de l'essai Small Punch Test

Lors des essais, est mesurée l'évolution de l'effort suivant le déplacement de la bille (Figure 3).

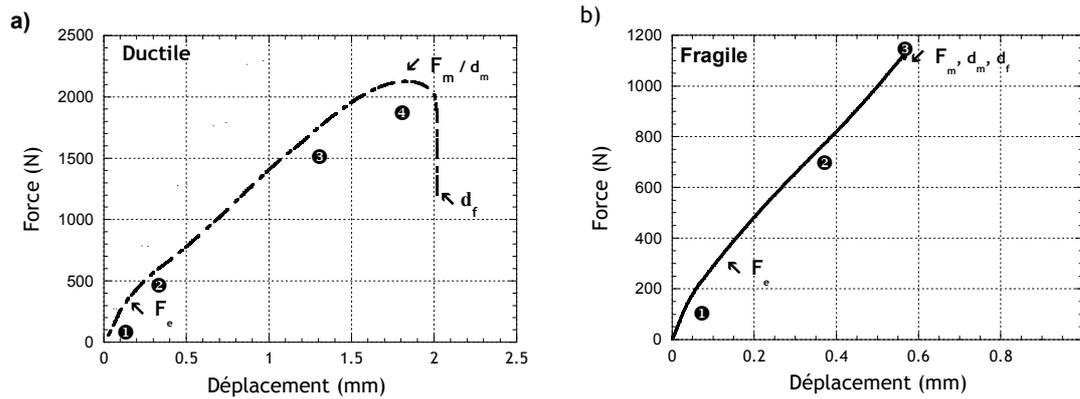


Figure 3 : courbe effort/déplacement typique d'un matériau ductile (a), et d'un matériau fragile (b)

Pour un matériau ductile (Figure 3 a)), sur la courbe expérimentale effort/déplacement, on distingue quatre zones typiques [Mis87, Luc90, Kam92, Jia03]. Dans la première partie, l'évolution de la force est quasi proportionnelle au déplacement. D'un point de vue macroscopique, l'éprouvette se déforme de manière élastique (en flexion) même si du fait de l'indentation de la bille et de la localisation des contraintes, une zone plastique très peu étendue existe au niveau de l'indentation. Dans la deuxième zone, l'évolution de la force n'est plus proportionnelle au déplacement. L'éprouvette est sollicitée de manière prépondérante en flexion plastique. La zone 3 correspond à une déformation plastique de l'éprouvette, non plus de manière prépondérante en flexion, mais on observe un étirement de l'échantillon c'est-à-dire, une diminution d'épaisseur de la pastille. Enfin, la zone 4 correspond à une zone d'instabilité plastique, une striction de la pastille, menant à la création de fissures et à la propagation de celles-ci. Pour les matériaux fragiles, la courbe (Figure 3 b)) est quasi linéaire présentant une zone de déformation élastique, une petite zone de flexion plastique mais pas de zone 3 ni 4.

Dans le cas de matériaux ductiles, il a été montré, par simulation numérique de l'essai SPT, que l'amorçage de la fissure, qui est circulaire, se situe à la surface de l'éprouvette [Abe06]. Elle a été observée pour un déplacement supérieur ou égal au déplacement à la force maximal (d_m) [Abe06, Mao87]. D'autres auteurs font état de la présence de micro-fissures en surface de l'échantillon pour des déplacements inférieurs à d_m [Yu99]. Dans le cas de matériaux fragiles, la fissure (ou les fissures) tend à se propager radialement [Kam86, Mis87, Jia03].

A partir des courbes force/déplacement, sont définies différentes valeurs : la force limite d'élasticité F_e , la force maximale F_m , l'énergie à rupture (l'aire sous la courbe force-déplacement) J_f et le déplacement maximum c'est-à-dire à rupture de l'éprouvette, d_f . Deux autres paramètres nous semblent être pertinents : le déplacement à la force maximale, d_m , et l'énergie pour atteindre la force maximale (l'aire sous la courbe force-déplacement d'un déplacement nul jusqu'à d_m) J_m . Les phénomènes mis en jeu étant essentiellement de la déformation plastique pour un déplacement inférieur à J_m [Kam86, Mao87], ces deux paramètres rendent compte essentiellement de la capacité du matériau à se déformer plastiquement.

Le premier avantage de l'essai SPT est le peu de matière nécessaire pour effectuer les tests. Ainsi, cet essai convient bien pour l'étude du comportement des matériaux irradiés ou de matériaux en service. Cet essai, très utilisé dans le domaine nucléaire [Luc90, Kam92], permet, de plus, d'obtenir des informations sur le comportement sous déformation plastique et sur la rupture des matériaux [Mao91, Cam04, Fin04, Abe06], sur la transition ductile/fragile [Kam83, Mis87, Bul02, Jia03, Jia05] des matériaux métalliques, sur le comportement au fluage ou en corrosion sous contrainte [Mis91, Ule99, Yu99, Dob04]. Des relations existent entre les données obtenues par l'essai de SPT et les grandeurs issues de l'essai de traction [Luc86, Mao87, Fin04, Cam04, Son04]. Des études passées ou présentes [Cam04, Iss06, Abe06, Lin08] ont pour objectif de déterminer, par simulation numérique, les lois de comportement plastique ou de rupture des matériaux à partir des données acquises lors d'un essai de Small Punch Test.

Adaptation de l'Essai Small Punch Test à des essais en milieu liquide

Pour adapter l'essai SPT à l'étude des matériaux en milieu liquide, un montage spécifique a été développé (montage inversé par rapport aux systèmes SPT conventionnels) [Ser07]. L'échantillon, un disque ou un carré d'une épaisseur de 500 μm est maintenu entre deux mors (Figure 4). La bille, en acier 100C6 ou en carbure de tungstène, de diamètre 2,5 mm est placée sur une tige dont on contrôle le déplacement et qui permet l'application de l'effort entre bille et échantillon. Le mors supérieur ainsi que l'échantillon forme un réservoir pour le métal liquide. Un collier chauffant permet d'effectuer des essais de la température ambiante jusqu'à 550°C. Un thermocouple est situé dans le métal liquide à 4 mm de la surface supérieure de l'échantillon et permet le contrôle de la température.

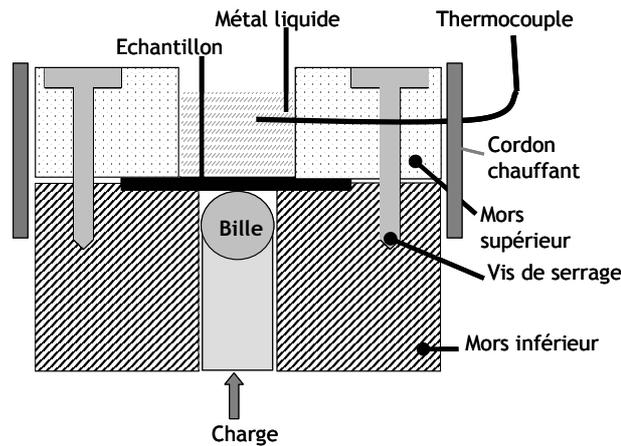


Figure 4 : montage Small Punch Test adapté pour des essais en présence de métal liquide

Ainsi, la géométrie de l'essai SPT permet de constituer un réservoir de métal liquide ; l'unique surface en contact avec celui-ci étant celle pour laquelle les contraintes en traction sont maximales en début d'essai (zones 1, 2, 3). Cette surface, en contact avec le métal liquide est soumise à des contraintes bi-axiales.

Les effets de la présence d'un métal liquide sur le comportement mécanique des matériaux sont essentiellement dus à des phénomènes d'interface [Kam73, Stol82, Fer97, Leg05, Ver05]. Lors d'un essai de Small Punch Test, en comparaison avec un essai de traction conventionnel (sur éprouvette lisse), la déformation et l'endommagement mécanique vont être maximaux au niveau de l'interface surface du matériau / métal liquide, ce qui met en évidence les phénomènes d'interaction entre la déformation ou l'endommagement mécanique et la présence de métal liquide. Lors d'un essai de flexion sur éprouvette lisse, comme pour l'essai Small Punch Test, les contraintes sont aussi maximales au niveau de la surface de l'échantillon. L'essai de flexion est d'ailleurs utilisé pour étudier le risque de fragilisation par les métaux liquides [Lyn85, Tho94, Ler02], mais en utilisant des éprouvettes entaillées permettant de générer en pointe d'entaille une triaxialité des contraintes, facteur favorisant la FML. Ces essais de flexion avec entaille peuvent être assimilés à des essais de traction sur éprouvettes entaillées.

Pour juger de la pertinence de l'essai SPT pour l'étude de la FML, notre démarche a été de comparer les résultats et phénomènes observés dans le cas d'essais de traction sur éprouvettes lisses et éprouvettes avec entaille avec ceux obtenus lors d'essais SPT.

Pertinence de l'essai Small Punch Test pour l'étude de la FML

L'acier étudié pour mener cet étude est l'acier X10CrMoNbV9-1, autrement dénommé acier T91. Remarquable par sa bonne tenue au fluage et au gonflement sous irradiation, cet acier martensitique a été sélectionné comme matériau de structure pour les systèmes pour lesquels le Plomb-Bismuth est utilisé comme fluide caloporteur ou comme cible de spallation : réacteur hybride, source de neutrons par réaction de spallation. Après une austénitisation à 1050°C pendant une heure, la microstructure de l'acier T91 est martensitique ; un traitement de revenu permet de diminuer la fragilité de la martensite. L'acier T91 a été étudié dans deux états métallurgiques différents : trempé/revenu à 750°C, trempé/revenu à 500°C. Ces traitements conduisent à une microstructure assez semblable (martensitique) mais, à deux duretés différentes et donc à des caractéristiques mécaniques différentes.

Différents essais de traction (éprouvettes lisses ou entaillées) [Nic01, Gue03, Aug04, Leg05, Dai06, Van06, Van08] ont été menés sur l'acier T91 afin d'évaluer son risque de fragilisation par le Plomb ou l'eutectique Plomb-Bismuth (noté LBE) et sont cités dans le chapitre 7 du livre « Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies » [Gor07]. Il en ressort que dans le cas de l'acier T91, qui n'a été soumis à aucun traitement de surface particulier :

- testé avec des éprouvettes lisses dans du Plomb ou LBE saturé en oxygène (à l'air sans contrôle de l'oxygène), l'acier T91 ne présente pas de FML [Nic01].
- testé avec des éprouvettes cylindriques comportant une entaille dans du Plomb ou LBE saturé en oxygène (à l'air sans contrôle de l'oxygène), l'acier T91 ne présente pas de FML s'il est dans l'état métallurgique normalisé (traitement de revenu à 750°C), mais présente une fragilisation par le métal liquide dans le cas d'un revenu à 500°C [Nic01].
- testé avec des éprouvettes cylindriques comportant une entaille dans LBE sous balayage He-4%H₂ (LBE non saturé en oxygène), l'acier T91 dans l'état métallurgique normalisé (traitement de revenu à 750°C) présente une légère diminution (10 à 20%) de sa ductilité [Gue03, Van08].
- testé avec des éprouvettes plates ne comportant pas d'entaille dans LBE sous atmosphère Ar-2%H₂ (LBE non saturé en oxygène), l'acier

T91 dans l'état métallurgique normalisé (traitement de revenu à 750°C) présente une FML dans le cas de micro - entailles dues à l'usinage de l'éprouvette et n'en présente pas si celles-ci ont été évitées [Dai06].

De ces différents résultats, trois facteurs semblent avoir une importance sur la FML de l'acier T91 par l'eutectique LBE :

- la présence d'une entaille c'est-à-dire de microfissures favorisant une fissuration de l'acier dans le métal liquide et donc la formation de surfaces fraîches et le contact direct acier/LBE,
- le traitement thermique de l'acier et donc ses propriétés mécaniques,
- la teneur en oxygène du bain de métal liquide c'est-à-dire la présence ou non d'un oxyde à la surface de l'acier et donc les conditions de contact acier T91 / LBE liquide.

La validation de l'essai SPT comme moyen d'étude de la FML [Ser07], puis différentes études menées à partir d'essais de SPT sur le comportement de l'acier T91 en contact avec le LBE [Aug08, Ser08] ont permis d'aborder ces différents points.

Résultats des essais de SPT menés à 300°C en présence de LBE et à l'air

Résultats des essais à 300°C à l'air

Les essais menés à l'air montrent un comportement ductile de l'acier T91, dans les deux états métallurgiques TR750 et TR500 (Figure 5). Les courbes présentent la forme typique de celles obtenues pour les matériaux ductiles (4 zones).

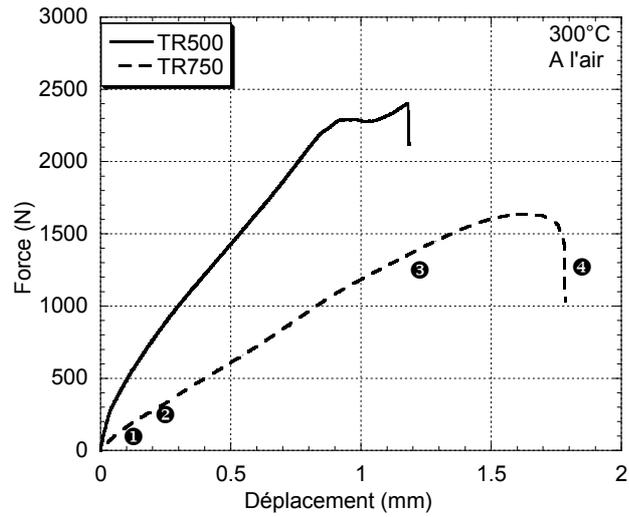


Figure 5 : courbe effort/déplacement des matériaux testés à 300°C à l'air

L'observation au MEB des fissures et des faciès de rupture (Figure 6) confirme un comportement ductile à l'air de l'acier T91 pour les deux états métallurgiques.

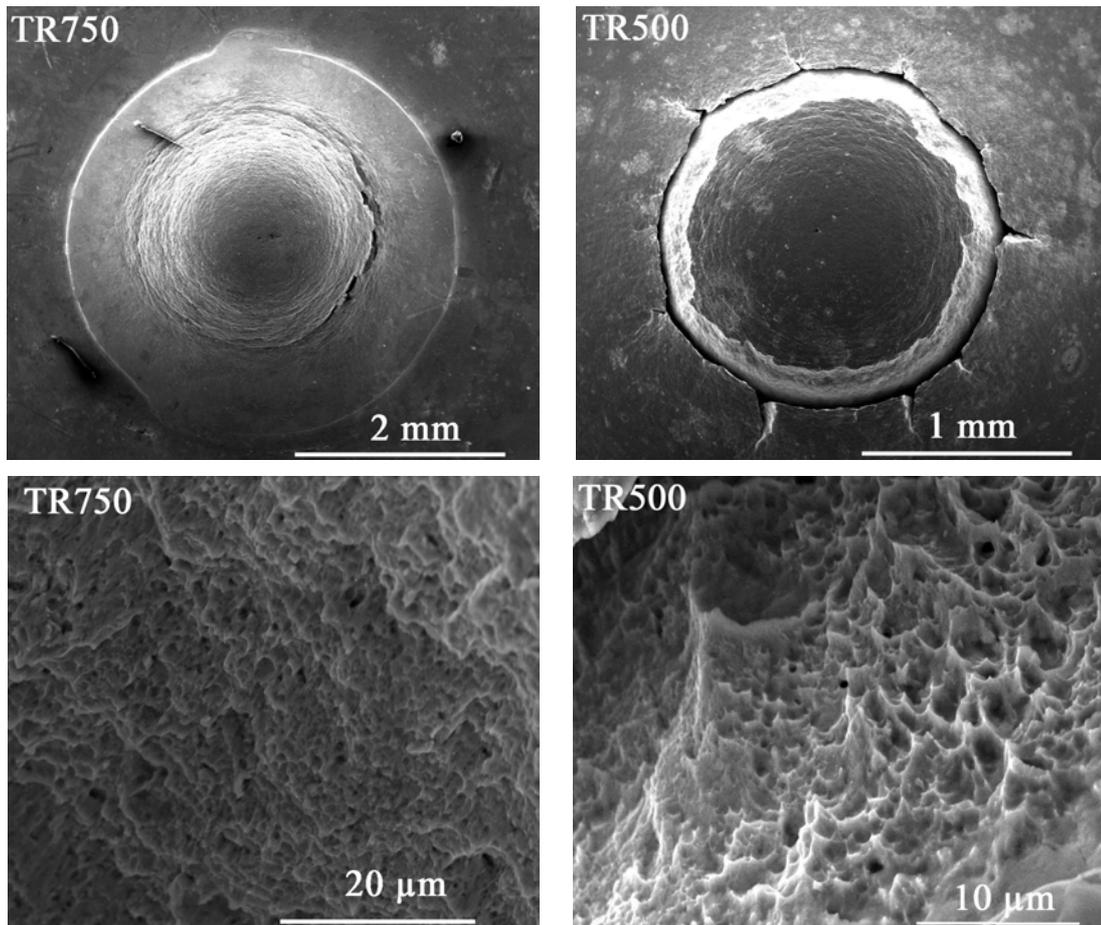


Figure 6 : essais à 300°C, à l'air

En effet, dans le cas de l'acier T91 TR750, la fissure principale est circulaire ; les faciès de rupture présentent des cupules (Figure 6). Ces observations sont en concordance avec le mécanisme de fissuration dû à une contrainte d'étirement de l'éprouvette, menant à sa striction, à la coalescence de micro-fissures et à la formation de la fissure macroscopique. Ce mécanisme est classiquement observé pour les matériaux ductiles [Kam86, Mis87, Bul02, Dai03].

L'acier T91 TR500 présente une fissure principale circulaire et quelques fissures radiales. Les faciès de rupture au niveau de la fissure circulaire et des fissures radiales présentent un caractère ductile (Figure 6).

Résultats des essais à 300° C en présence de LBE

Tandis que l'on n'observe aucune influence du milieu pour le T91 TR750 (Figure 7), la courbe du T91 TR500 testé en présence de LBE est typique de celle des matériaux fragiles : quasi linéaire jusqu'à la rupture.

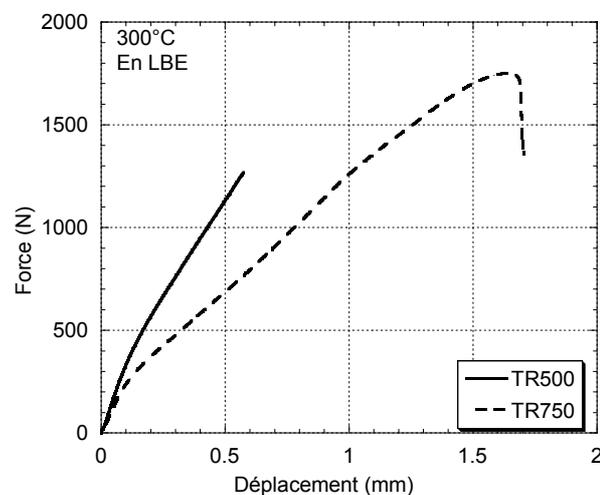


Figure 7 : courbe effort/déplacement des matériaux testés à 300° C en présence de LBE

Pour l'acier T91 TR750 sollicité en présence de LBE, nous observons comme pour les essais effectués à l'air une fissure circulaire et un faciès de rupture ductile (Figure 8). Pour l'acier T91 TR500 (Figure 8), la fissure n'est plus circulaire : nous observons plusieurs fissures radiales. Dans le cas de matériaux fragiles, la contrainte provoquant la fissuration est une contrainte de flexion, qui est maximale au centre

de l'éprouvette ; les fissures sont alors radiales [Kam86, Mis87]. La rupture est transgranulaire et occasionnellement intergranulaire (Figure 9).

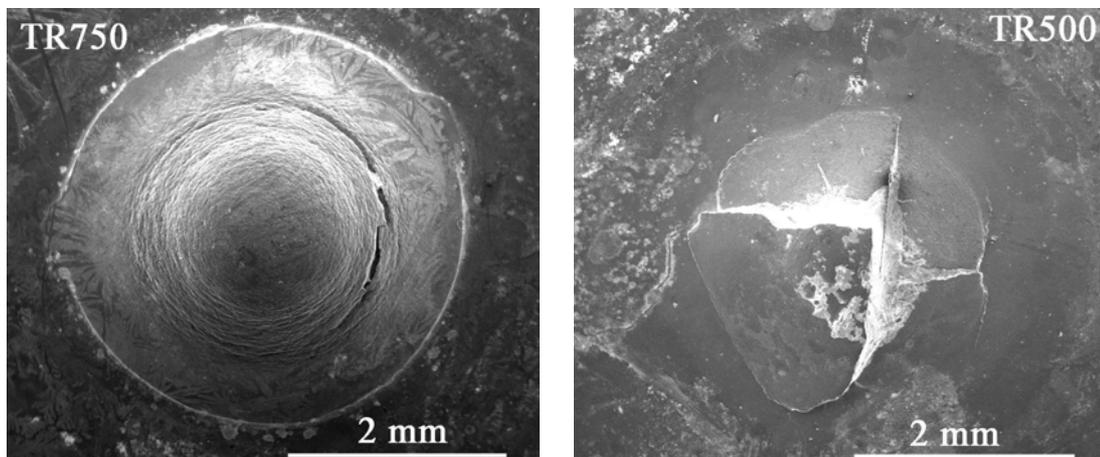


Figure 8 : essais à 300 °C en LBE : observations des fissures

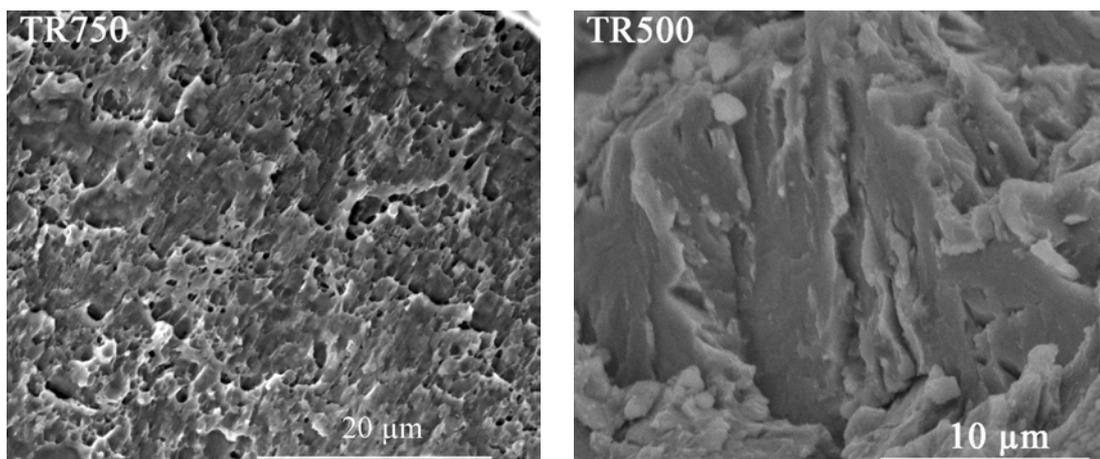


Figure 9 : essais à 300 °C en présence de LBE de l'acier T91, à gauche : revenu à 750 °C : rupture ductile - à droite : revenu à 500 °C : faciès de rupture fragile par clivage

Discussion

En accord avec les mesures de dureté, les résultats des essais de SPT à l'air montrent que l'acier T91 TR750 est plus ductile que l'acier T91 TR500 : force élastique F_e , force maximale F_m moins importantes tandis que le déplacement à rupture d_f ou à la force maximale d_m sont plus grands (Tableau 1). On remarque qu'à l'air, l'énergie à rupture J_f et l'énergie pour atteindre la force maximale J_m sont du même ordre de grandeur.

Traitement thermique	TR500		TR750	
Environnement	air	LBE	air	LBE
F_e (N)	592 ± 80	571 ± 80	345 ± 40	369 ± 45
F_m (N)	2185 ± 150	1295 ± 200	1655 ± 45	1746 ± 90
d_f (mm)	1.18 ± 0.10	0.54 ± 0.08	1.67 ± 0.09	1.70 ± 0.11
J_f (J)	1.67 ± 0.20	0.39 ± 0.09	1.66 ± 0.10	1.85 ± 0.15
d_m (mm)	1.11 ± 0.13	0.54 ± 0.08	1.58 ± 0.07	1.60 ± 0.13
J_m (J)	1.55 ± 0.27	0.39 ± 0.09	1.51 ± 0.10	1.68 ± 0.17
Faciès de rupture	Ductile	Fragile	Ductile	Ductile

Tableau 1 : résultats des essais de Small Punch Test pour l'acier T91 à 300°C à l'air et en LBE

Bien que la limite d'élasticité σ_y ne puisse pas être facilement déduite des essais de SPT, plusieurs relations ont été établies entre celle-ci et la valeur de la force élastique F_e [Luc89, Mao87, Fin04, Son04]. Finarelli et al. montrent que la meilleure relation est de la forme : $\sigma_y = \alpha F_e / e^2$ avec e l'épaisseur et α un coefficient qui dépend de la géométrie de l'éprouvette et du montage. Ce coefficient dépend aussi légèrement du type de matériau. Connaissant les limites d'élasticité de l'acier T91 TR750 à 20°C à l'air et à 300°C à l'air et en présence de LBE, nous avons déterminé la valeur de α dans le cas de nos essais. Elle est de 0,33, valeur cohérente avec celles définies dans la littérature [Luc86, Mao87, Fin04, Son04].

Nous avons pu ainsi déterminer la limite d'élasticité à l'air et en LBE pour l'acier T91 dans les deux états métallurgiques étudiés (Tableau 2).

Conditions d'essais	TR500	TR750
Température ambiante	703 ± 35	504 ± 45
300°C - air	722 ± 95	441 ± 45
300°C - LBE	710 ± 95	433 ± 45

Tableau 2 : limite d'élasticité en MPa calculée à partir des courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de Small Punch Test

Nous ne constatons pas d'influence du milieu sur la limite d'élasticité ce qui est en concordance avec les observations faites à partir des essais de traction, à savoir que

le métal liquide n'a pas d'influence sur le domaine élastique [Sto82, Fer94, Ske94, Jos99, Nic01, Cle03].

Si on compare les résultats des essais réalisés en traction [Nic01] et en SPT (Tableau 3), une transition ductile / fragile est observée pour le matériau T91 TR500 lors d'essais Small Punch Test, mais non lors d'essais de traction uniaxial. C'est seulement avec des éprouvettes de traction comportant une entaille qu'une transition ductile/fragile « complète » (c'est-à-dire avec un faciès de rupture fragile) a été observée [Leg00, Nic01]. Lors des essais de traction ou de Small Punch Test, il y a compétition entre deux sources d'endommagement : un endommagement en volume avec la formation de cavités, puis coalescence de ces cavités (endommagement se propageant du cœur vers la surface), un endommagement en surface lié aux contraintes mécaniques en surface et à l'effet de l'environnement. Dans le cas des éprouvettes de traction entaillées, l'entaille étant obtenue par usinage, une couche écrouie fragile a été formée en surface, en fond d'entaille. A l'air, la ténacité de l'acier T91 TR500 étant relativement importante, la fissuration de cette couche fragile ne joue pas un rôle important dans l'endommagement de l'éprouvette. Dans le LBE, il en va autrement. Des calculs de simulation à l'échelle atomique menés au LMPGM [Nic01, Leg05] montrent que l'énergie de surface de l'acier diminue lors de l'adsorption d'atomes de LBE à la surface de l'acier (sans sa couche native d'oxyde). Ceci a pour effet de diminuer la valeur critique du facteur d'intensité de contraintes K_{Ic} de l'acier. Sous sollicitation mécanique, la couche écrouie, fragile, se fissure, provoquant ainsi la formation de surfaces fraîches directement en contact avec le métal liquide (sans couche native d'oxyde). Ceci va provoquer au niveau de ces micro-fissures une diminution du K_{Ic} de l'acier. Cette diminution va engendrer, pour une même valeur de facteur d'intensité des contraintes qu'à l'air, l'amorçage d'une fissure fragile qui va se propager de la surface au cœur du matériau [Nic01, Vog04]. Dans le cas de matériaux à haute limite d'élasticité, tel l'acier T91 TR500, le facteur d'intensité des contraintes sera suffisamment élevé pour atteindre localement (au niveau du fond des micro-fissures) en milieu LBE, la valeur K_{Ic} , abaissée du fait de l'adsorption de métal liquide. Dans le cas de l'acier T91 TR750, plus ductile, la valeur critique, du fait de la déformation plastique n'est pas atteinte et donc la rupture qui est due à la coalescence de cavités en cœur du matériau, mène à une rupture ductile.

Traitement thermique	T91 TR500		T91 TR750	
Environnement	air	LBE	air	LBE
Essai de traction - éprouvette lisse	Ductile	Ductile	Ductile	Ductile
Essai de traction - éprouvette entaillée	Ductile	Fragile	Ductile	Ductile
Small Punch Test	Ductile	Fragile	Ductile	Ductile

Tableau 3 : comparaison des résultats des essais de traction et de Small Punch Test pour l'acier T91 à 300°C à l'air et en LBE [Nic01, Ser07]

Dans le cas des essais de Small Punch Test, la surface en contact avec le métal liquide est polie électrolytiquement avant essai et ne comporte ni entaille, ni couche écrouie fragile. Lors de l'essai, la partie supérieure de l'échantillon (en contact avec le métal liquide) est soumise à des déformations de cisaillement bien plus importantes que lors d'un essai de traction, avec un déplacement de matière important en surface de l'échantillon, exposée au métal liquide. La déformation plastique provoque une rugosité de surface sous la forme de bandes de glissement, de déformations de la surface, de larges décalages de matière. Ce changement de rugosité est accompagné par la création de surfaces fraîches, en contact avec le métal liquide. L'adsorption d'atomes de LBE au niveau des surfaces, conjuguée à un fort facteur de concentration de contraintes au niveau de la rugosité et à un état de contraintes bi-axiales provoque la rupture fragile de l'éprouvette dans le cas de l'acier T91 TR500. Pour des aciers testés au dessous de leur température de transition fragile/ductile, Bulloch [Bul95] observe que le faciès de rupture est fragile excepté sur le bord supérieur de l'échantillon pour lequel il observe une zone de rupture par cisaillement (de 50 μm de largeur). Nous n'avons pas observé de telle zone ce qui conforte l'analyse effectuée.

Les essais de Small Punch Test ont ainsi montré un risque de fragilisation par le métal liquide pour des éprouvettes non-entaillées dans le cas de microstructures menant à un matériau de dureté relativement importante, et donc à une limite d'élasticité élevée. Cette fragilisation n'a été constatée lors d'essais de traction que pour une éprouvette entaillée, comportant en surface une zone écrouie fragile. Lors des essais SPT, elle s'explique par une déformation plastique importante à la surface de l'éprouvette. Celle-ci conduit à une rugosité de surface qui génère des microfissures, en contact avec le LBE entraînant une fragilisation du matériau. L'essai de Small

Punch Test apparaît donc comme un essai discriminatoire quant à la fragilisation par les métaux liquides.

De plus, nous montrons clairement que la FML n'est pas liée à la présence d'entaille ou de micro-fissures au niveau de la pièce avant essai, mais à la formation de surfaces fraîches en milieu liquide.

Apport de l'essai Small Punch Test à l'étude de la Fragilisation par les Métaux Liquides et à celle de l'Endommagement Accéléré par les Métaux Liquides

Ayant montré que le SPT est un essai plus drastique que l'essai de traction pour l'étude de la FML, nous avons mené et menons différents travaux, notamment dans le cadre du GdR GEDEPEON et des 6^{ème} et 7^{ème} PCRD :

- détermination des risques de FML pour différents matériaux de structure (acier T91, acier 316L, matériaux soudés [Ser08, Ser09]),
- détermination, pour des matériaux réputés non sensibles à la FML, des conditions particulières (de traitement thermique, de pré-endommagement de surface ...) qui peuvent conduire à une FML et qu'il faudra éviter,
- choix des conditions particulières d'essai menant à la FML, afin d'avancer dans la compréhension des mécanismes menant à la FML,
- étude de la fragilisation de l'acier T91 irradié et en présence de LBE sur des échantillons SPT extraits de la fenêtre de la cible de MEGAPIE Test (Collaboration avec le Paul Scherrer Institut (Suisse)).

Dans la suite de ce chapitre, sont présentés trois résultats concernant :

- les conditions d'apparition de la FML ou d'un EAML par l'eutectique Plomb-Bismuth pour les aciers T91 et 316L,
- l'étude de joints soudés entre l'acier T91 et l'acier 316L en milieu liquide,
- l'observation de la FML d'alliages ductiles en présence de l'eutectique Plomb-Bismuth.

Conditions d'apparition de la FML ou d'un EAML par l'eutectique Plomb-Bismuth pour l'acier T91 et l'acier inoxydable 316L

Les aciers X10CrMoNbV9-1 (T91) et X2CrNiMo17-12-2.5 (316L) ont été sélectionnés comme matériaux de structure pour les systèmes pour lesquels le Plomb-Bismuth est utilisé comme fluide caloporteur ou comme cible de spallation : réacteur hybride, source de neutrons par réaction de spallation. C'est dans ce cadre que nous avons étudié leur tenue mécanique en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth et notamment les facteurs qui pourraient engendrer un risque de fragilisation par le LBE.

Les essais de SPT à 300°C, à l'air et en LBE, montrent aucune sensibilité des aciers T91 et 316L (dans leur état métallurgique normalisé¹) à la présence de l'eutectique Plomb-Bismuth. La FML dépend de différents facteurs : les caractéristiques mécaniques des matériaux, la température, les conditions de mouillage... Ce sont les caractéristiques mécaniques des matériaux que nous avons fait varier à travers :

- la température du revenu de l'acier T91,
- l'écrouissage de l'acier 316L,
- la température d'essai.

Tenue de l'acier T91 suivant sa température de revenu

La température du revenu effectué sur l'acier T91 permet, sans faire évoluer de manière importante sa microstructure (martensite) d'obtenir des matériaux de dureté différente. Ainsi en faisant varier la température de revenu entre 500°C et 750°C, l'acier T91 présente des duretés comprises entre 396 et 256 (Tableau 4).

Température de revenu	500°C	600°C	650°C	700°C	750°C
Notation	TR500	TR600	TR650	TR700	TR750
Dureté : HV	396 ± 5	374 ± 3	318 ± 3	285 ± 1	256 ± 5

Tableau 4 : dureté Vickers (mesurée à 10Kg) de l'acier T91 suivant le traitement thermique

¹T91 : austénitisation à 1050°C pendant une heure, trempe à l'air, revenu à 750°C pendant une heure

316L : austénitisation à 1050 °C pendant 45 minutes, puis trempe à l'eau

Nous savons, par les essais de SPT menés à l'air et en LBE à 300°C [Ser07], que l'acier T91 TR750 n'est pas sensible à la présence du métal liquide, tandis que le T91 TR500 fragilise en présence de LBE. Par des essais sur des structures de duretés intermédiaires, nous cherchons à déterminer la dureté limite de fragilisation du T91 par l'eutectique Plomb-Bismuth.

Des essais de SPT sont effectués à l'air et en LBE à 300°C pour les différentes conditions de traitement thermique.

Les courbes effort-déplacement obtenues lors des essais SPT en LBE montrent un comportement fragile pour les microstructures les plus dures (TR500 et TR600) et ductile pour les plus faibles (TR650, TR700, TR750) (Figure 10). Cependant, on observe un effet de la présence du métal liquide sur les microstructures TR700 et TR650, quantifiable par le calcul de l'énergie à rupture normalisée (Figure 11).

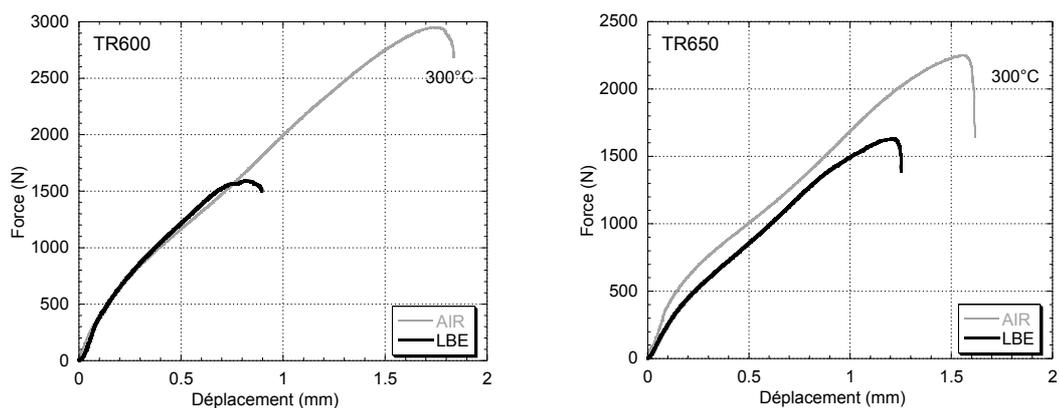


Figure 10 : courbes effort-déplacement obtenues lors des essais SPT à l'air et en présence de LBE à 300°C de l'acier T91 : revenu à 600°C (TR600) et revenu à 650°C (TR650)

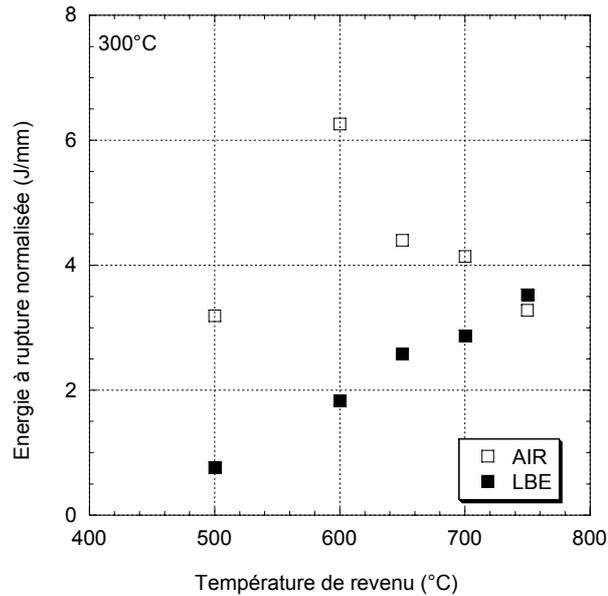


Figure 11 : Influence du métal liquide sur l'énergie J_f normalisée selon la température du traitement de revenu

L'analyse des faciès de rupture confirme le caractère ductile de la rupture à l'air pour l'ensemble des microstructures et pour l'acier T91 TR750 en LBE. La rupture des microstructures les plus dures (TR500 et TR600) est fragile. Pour les microstructures TR650 et TR700, la majorité du faciès de rupture est ductile. Cependant quelques zones de fragilité ont été observées (Figure 12).

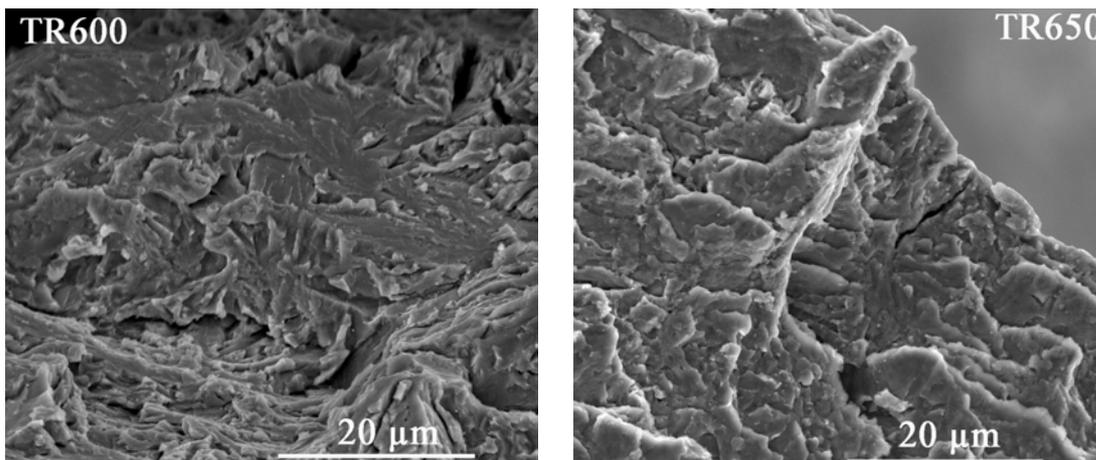


Figure 12 : faciès de rupture des échantillons de SPT testés à 300°C en LBE

Ainsi entre 376 et 318, il existe une dureté de transition entre un comportement fragile et ductile de l'acier T91 en présence de l'eutectique Plomb-Bismuth. Cependant pour les microstructures de dureté égale à 318 et 285, un effet local du

métal liquide est observé sans pour autant que l'on puisse parler de fragilisation par les métaux liquides. La fragilisation locale de ces microstructures peut s'expliquer par des concentrations locales de contraintes importantes, ceci pour des structures ayant des duretés relativement élevées mais qui restent assez proches de la dureté de l'acier T91 dans son état métallurgique normalisé, T91 TR750.

Nicaise [Nic01] pour différentes températures de revenus (550°C, 600°C, 650°C, 700°C et 750°C) a mené à 200°C à l'air et en LBE des essais de traction sur des éprouvettes entaillées d'acier T91. Il observe un effet du métal liquide pour les revenus effectués à 550°C, 600°C et 650°C, mais pas pour la microstructure TR700 (Figure 13).

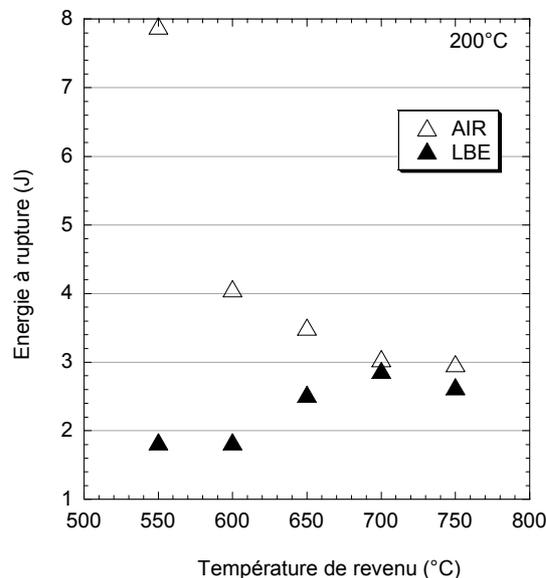


Figure 13 : chute de l'énergie à rupture occasionnée par l'eutectique Plomb-Bismuth à 200°C, suivant le traitement thermique [Nic01]

Le T91 TR750 est ductile à l'air comme dans le LBE. En cohérence avec ce qui a été observé lors des essais de SPT, les faciès de rupture sont fragiles pour les échantillons TR550 et TR600 testés en LBE. Testé en métal liquide, le T91 TR650 présente une couronne fragile et un cœur ductile ce qui est cohérent avec les observations faites lors des essais de SPT. Cependant les conclusions des essais de SPT et de traction avec des éprouvettes entaillées sont différentes pour le T91 TR700, dont le faciès obtenu lors des essais de traction sur éprouvettes entaillées en LBE est 100 % ductile. Cette disparité peut être attribuée soit à la différence dans les contraintes mécaniques appliquées à l'échantillon, soit plus probablement à un léger

écart de dureté dû à une différence dans la composition chimique de l'acier T91. Le T91 TR700, testé par Nicaise, présente en effet une dureté de 270 (dureté Vickers, mesurée à 10 Kg), à comparer à celle de celui utilisé lors des essais de SPT : 285. La dureté limite engendrant une insensibilité de l'acier T91 à la présence de l'eutectique Plomb-Bismuth pourrait être ainsi comprise entre 270 et 285.

Du point de vue de l'utilisation de l'acier T91 en contact avec le LBE, cette étude montre qu'un durcissement en service de l'acier T91 (TR750), notamment durcissement par irradiation, ou suite à de mauvaises conditions de soudage peut, suivant son ampleur, soit mener à une fragilisation de la structure, soit à une réduction de sa tenue mécanique.

Tenue de l'acier 316L selon son taux d'érouissage

L'acier 316L austénitique, utilisé en service, peut subir un durcissement sous contrainte (monotone ou cyclique) ou sous irradiation. Par des essais de Small Punch Test sur des éprouvettes d'acier 316L éroui (érouissage monotone par traction) à différentes valeurs, la sensibilité à la présence de l'eutectique Plomb-Bismuth de cet acier suivant sa dureté a été étudiée à 300°C. Les taux d'érouissage étudiés sont : 0%, 17% et 50% (Tableau 5).

Taux d'érouissage (%)	0	17	50
Dureté : HV	177	211	280

Tableau 5 : dureté Vickers (mesurée à 10Kg) de l'acier T91 suivant le taux d'érouissage

A l'air comme en métal liquide, les courbes force-déplacement obtenues lors des essais de Small Punch Test sont typiques de celles des matériaux ductiles. A 0 et 17 % d'érouissage, aucun effet du métal liquide n'est observé (Figure 14). Une rupture prématurée du matériau, pour un déplacement et un effort plus faibles, est observée pour l'échantillon éroui à 50 %.

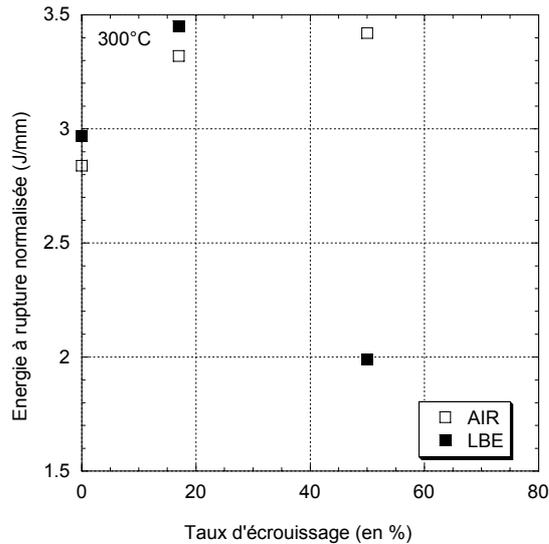


Figure 14 : influence du métal liquide sur l'énergie J_r normalisée selon le taux d'écrouissage

L'analyse des faciès de rupture montre une rupture ductile pour l'ensemble des conditions. Aucune différence n'a été observée au niveau des faciès des échantillons écrouis à 50% testés à l'air et en LBE. En effet, la rupture des échantillons écrouis à 50% et testés en LBE ne présente pas de faciès fragile. Nous observons comme pour les autres échantillons un faciès avec des cupules. Les faciès des échantillons de SPT ne nous permettent malheureusement pas de comparer réellement la taille des cupules.

Ainsi dans le cas du matériau écroui à 50%, nous n'observons pas de fragilisation par le métal liquide mais un endommagement accéléré par le métal liquide. Ce résultat peut s'expliquer par l'effet combiné de l'écrouissage et du métal liquide. En effet, selon Lynch [Lyn88], le métal liquide va favoriser l'endommagement en favorisant l'émission et la mobilité des dislocations au niveau du fond de la fissure. Pour le matériau, l'écrouissage de l'acier a provoqué une augmentation de sa dureté, du nombre de dislocations présentes au niveau du matériau, qui sont moins mobiles. Ainsi, de par l'écrouissage, la zone plastique sera réduite ce qui permet une localisation de la déformation accentuée par la présence de métal liquide.

Du point de vue de l'utilisation de l'acier 316L en présence de LBE, ce résultat montre l'influence d'un endommagement mécanique (étudié dans le cas de

l'érouissage monotone, mais à étudier aussi dans le cadre de sollicitation cyclique¹) sur la tenue mécanique de l'acier en LBE, sans pour autant que le matériau devienne fragile.

Tenue des aciers T91 et 316L suivant la température du métal liquide

La température d'essai a une grande importance dans l'apparition ou pas de la FML. En effet de la température dépendent la ductilité à l'air du métal solide, le mouillage du métal liquide au niveau de la surface du métal solide, les interactions chimiques métal liquide/métal solide qui sont des facteurs d'influence de l'apparition de la FML. Une augmentation de la température joue généralement en faveur de la ductilité des matériaux. Une fissure fragile aura, en effet, d'autant plus de difficultés à se propager que le matériau sera ductile (émoussement de la fissure, déformation plastique importante). Ainsi, généralement, la FML se manifeste par un puits de ductilité plus ou moins large en température, dont la température de début est la température de fusion du métal liquide. La FML disparaît progressivement aux températures pour lesquelles l'activité des dislocations est suffisante pour favoriser la déformation plastique et engendrer une rupture ductile. Nicaise [Nic01] a étudié le comportement de l'acier T91 TR500 (austénitisation à 1100°C pendant une heure, revenu à 500°C pendant une heure) à l'air et dans le Plomb entre 350°C et 450°C, en menant des essais de traction sur éprouvettes entaillées. Il observe le puits de ductilité de l'acier T91 TR500 (Figure 15). Au dessous de 400°C, l'acier en présence de plomb est fragile. Le retour à la ductilité se fait progressivement à partir de 425°C, température pour laquelle le faciès de rupture présente un cœur ductile et une couronne fragile.

¹ L'acier 316L sous sollicitation cyclique à 300°C (à l'air ou LBE) présente un durcissement.

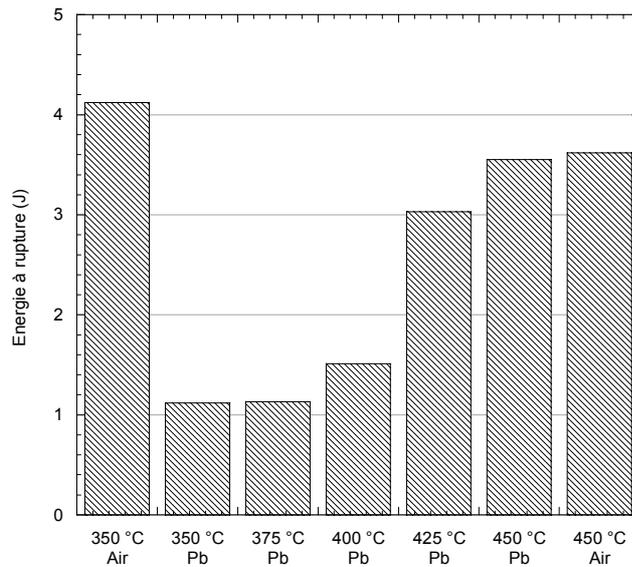


Figure 15 : chute de l'énergie à rupture occasionnée par le plomb à différentes températures - acier T91 TR500 - essai de traction sur éprouvette entaillée [Nic01]¹

Les aciers T91 (TR750) et 316L ne présentent pas de fragilisation par l'eutectique Plomb-Bismuth à 300°C. Nous avons donc mené des essais à des températures plus faibles pour étudier leur risque de FML, alors que, par l'effet de la température, ils présentent moins de capacité à se déformer plastiquement.

Les essais de SPT menés à l'air et dans l'eutectique Plomb-Bismuth ne montrent pas, aux températures inférieures à 300°C, l'existence de puits de ductilité pour les deux aciers (Figure 16).

¹ Les pourcentages de réduction sont calculés par rapport à la moyenne arithmétique simple entre les valeurs à l'air à 350°C et 450°C.

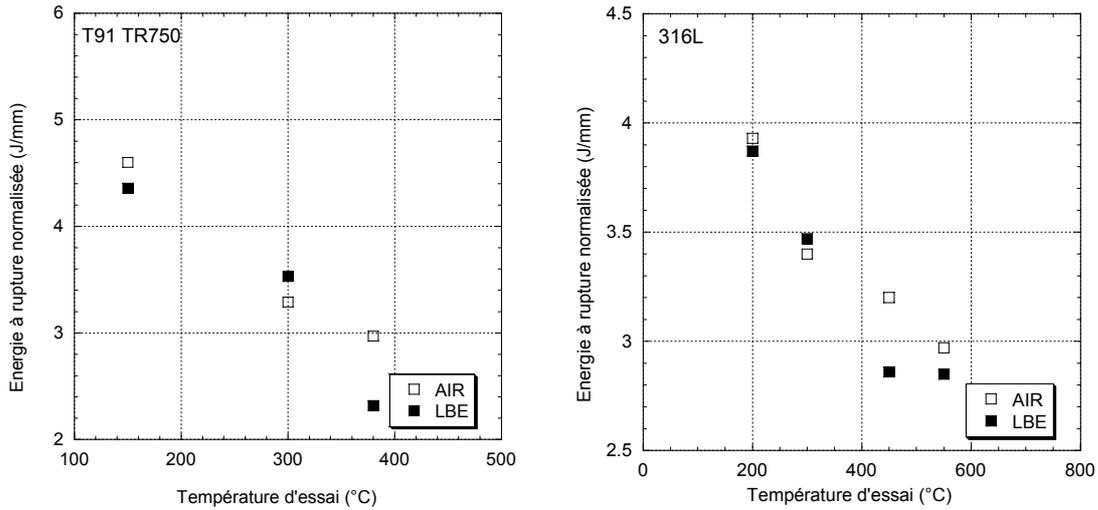


Figure 16 : influence de l'eutectique Plomb-Bismuth sur l'énergie J_r normalisée suivant la température d'essai

Cependant, nous observons clairement une sensibilité de l'acier 316L à la présence de LBE pour des températures supérieures à 450°C qui ne peut pas être liée à une augmentation de la résistance mécanique de l'acier avec la température. A 450°C et 550°C, le comportement global de l'éprouvette reste ductile en présence de métal liquide (Figure 17). Les zones 1, 2, et 3 des courbes effort-déplacement ne sont pas modifiées par la présence de métal liquide. Ainsi, le LBE semble avoir une influence plus marquée sur la création et/ou la propagation de fissures, mais pas sur la déformation plastique.

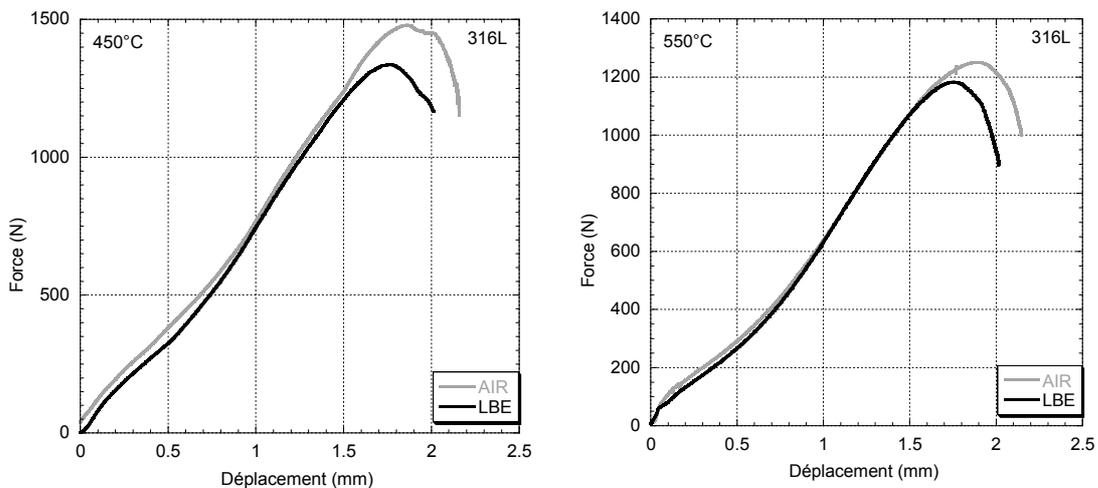


Figure 17 : courbes effort-déplacement obtenues lors des essais SPT à l'air et en présence de LBE, à 450°C et à 550°C de l'acier 316L

L'observation des faciès de rupture montre une rupture ductile à l'air à 450°C et 550°C. La fissure principale est circulaire. A ces deux températures et en présence de métal liquide, la fissure principale circulaire est accompagnée de fissures radiales. Le faciès est majoritairement ductile. Des zones fortement cisailées ont été observées (Figure 18).

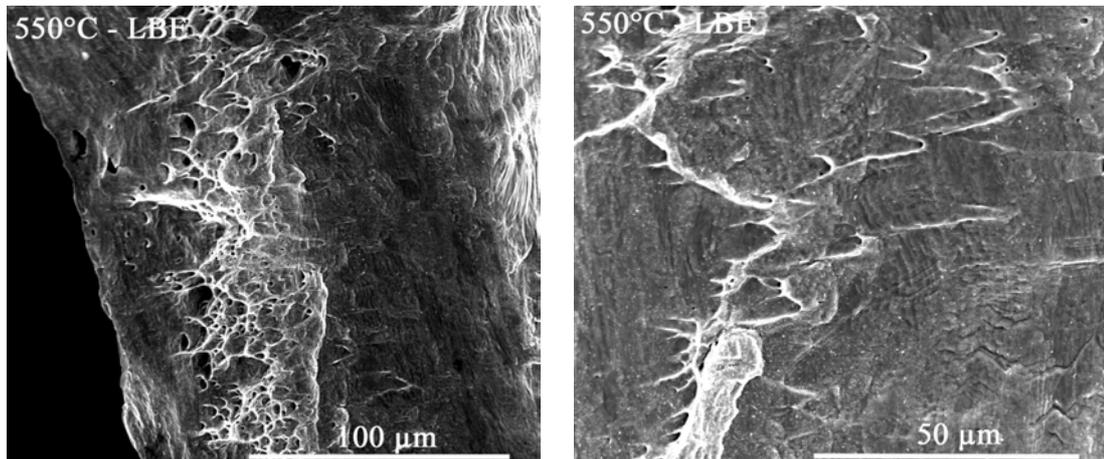


Figure 18 : faciès de rupture des échantillons de SPT testés à 550°C en LBE

Au niveau du haut des dômes, on observe non seulement les bandes de glissement, signature de la déformation plastique, mais aussi pour les échantillons testés en métal liquide, des cavités, des fissures intergranulaires et transgranulaires (Figure 19).

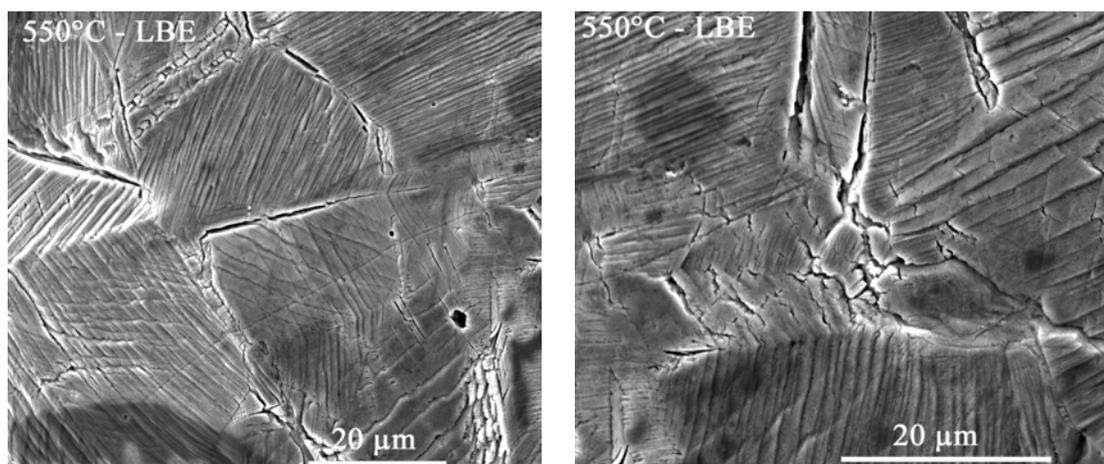


Figure 19 : endommagement observé au niveau du haut du dôme d'un échantillon de SPT testé en LBE à 550°C

La ductilité de l'acier 316L augmentant avec la température, la sensibilité de l'acier à la présence de LBE à 450°C et 550°C ne semble donc pas être liée aux propriétés mécaniques du matériau, mais plus probablement à l'interface entre l'acier et le métal liquide ou à la présence d'un oxyde.

Il est généralement admis que la mouillabilité au niveau des joints de grain dépend de la température (Figure 20). Au dessus d'une température T_M , il y a mouillabilité du joint de grain par le métal liquide et pénétration du métal liquide au niveau de celui-ci, on parle de mouillage parfait. La présence de fissures intergranulaires au niveau des dômes des échantillons testés en présence de LBE à 450°C et 550°C suggère que l'on se situe, à ces températures, dans le domaine de mouillage parfait. Un endommagement de surface serait alors provoqué par la présence de métal liquide au niveau des joints de grain. Il impliquerait un contact direct entre le métal liquide et l'acier et donc localement un endommagement accéléré. Cependant aucune donnée concernant la température T_M pour le couple de matériaux 316L/LBE ne permet de valider cette hypothèse.

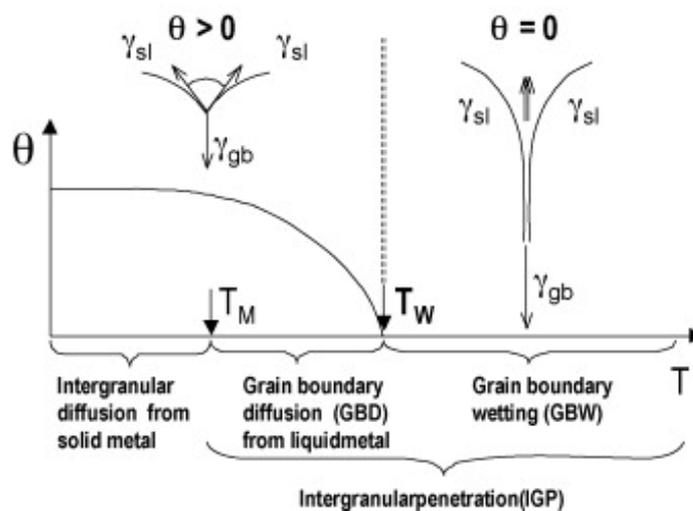


Figure 20 : évolution de la mouillabilité aux joints de grain selon la température

La mouillabilité de l'acier 316L (avec sa couche native d'oxyde) par le Plomb et l'eutectique Plomb-Bismuth a été étudiée en fonction de la température [Gui03]. Les auteurs concluent à un mauvais mouillage de l'acier par le métal liquide du fait de la présence de la couche d'oxyde natif. Cependant, une très légère augmentation de la mouillabilité a été observée vers 450°C. Elle est attribuée à un changement de structure de l'oxyde de Plomb PbO dans cette plage de température.

La présence d'une couche d'oxyde, relativement importante à 450 et 550°C pourrait aussi en partie expliquer l'EAML de l'acier 316L. En effet, du fait des déformations

importantes au niveau de la surface de l'échantillon, la couche d'oxyde va être fissurée rapidement, d'autant plus que son épaisseur est importante. L'acier 316L est alors directement en contact avec le métal liquide à des températures pour lesquelles des phénomènes de dissolution sont observés à des concentrations d'oxygène basses. Lors de nos essais qui sont effectués à l'air sans aucun contrôle de l'oxygène, le bain de métal liquide est saturé en oxygène, protégeant à priori l'acier des phénomènes de dissolution. Cependant, localement et notamment au niveau de la surface de l'échantillon (situé au fond du bain de métal liquide), la concentration en oxygène pourrait être plus faible. Elle pourrait alors entraîner, à des températures relativement élevées, soit une dissolution locale de l'acier mis à nu (sans couche d'oxyde) du fait de la déformation plastique, soit une adsorption facilitée du métal liquide par la difficulté à recréer instantanément l'oxyde protecteur.

L'étude de la sensibilité des aciers 316L et T91 à la présence de LBE en fonction de la température a permis de montrer clairement que les évolutions des propriétés mécaniques avec la température ne peuvent expliquer seules les évolutions de la sensibilité des matériaux. Un facteur important à prendre en compte est la condition d'interface entre l'alliage métallique et le métal liquide. Les conditions d'interface ne sont actuellement pas bien connues.

Etude de la tenue de joints soudés en milieu métal liquide

Les pièces en contact avec le LBE étant assemblées le plus souvent par soudage (entre deux matériaux différents), nous avons été amenés à nous intéresser à des structures soudées en contact avec le Plomb-Bismuth c'est-à-dire à deux plaques, l'une en acier 316L, l'autre en acier T91, soudées soit par procédé TIG (Tungsten Inert Gaz), soit par procédé EB (Electron Beam). Notre objectif est non seulement d'évaluer les risques de Fragilisation par Métal Liquide ou d'Endommagement Accéléré par Métal Liquide, mais aussi de comprendre la réponse mécanique de ces joints soudés, constitués de matériaux ayant des réponses mécaniques différentes.

La détermination et la compréhension du comportement mécanique de joints soudés ne sont pas triviales. En effet le joint soudé est constitué de différents matériaux (matériaux de base, joints soudés, zone affectée thermiquement, interface entre ces différents matériaux) qui ont des comportements différents. Le comportement global du joint soudé masque celui des différents constituants. De plus, la réalisation

d'éprouvettes comportant tout en partie un joint soudé n'est pas aisée. Les essais de SPT, qui nécessitent peu de matière, nous ont semblé un moyen d'essai adapté pour étudier le comportement mécanique des différents constituants de joints soudés. Evidemment, ces essais restent une première étape dans l'étude du comportement de joints soudés. En effet, ils permettent d'étudier le risque de FML au niveau de chaque constituant ou des interfaces, mais doivent être complétés par des essais tels des essais de fatigue.

Microstructure des joints soudés 316L/T91 effectués par EB

Le procédé de soudure par Electron Beam (EB, par faisceau d'électrons) met en œuvre un faisceau de forte énergie, qui, transformée en chaleur, permet de souder deux matériaux par fusion sans apport de matière, réduisant la taille de la zone affectée thermiquement (ZAT). Les joints soudés étudiés ont été élaborés, dans le cadre du projet DEMETRA, au Forschung Zentrum in Karlsruhe (FZK) en Allemagne. Nous avons ensuite effectué un traitement thermique sous argon : augmentation de la température ambiante jusqu'à 740°C à 100°C/heure, palier à 740°C pendant 45 minutes puis redescende à la vitesse de 100°C/heure [Ser09]. Ce traitement thermique permet d'obtenir des niveaux de dureté abaissés et donc une structure moins fragile au niveau de la soudure et de l'acier T91 proche de la soudure.

Les aciers de base T91 et 316L présentent respectivement une microstructure martensitique et une microstructure austénitique avec des grains de ferrite delta (Figure 21). La présence de ferrite delta au niveau de cet acier 316L s'explique par un faible taux de Nickel (10.26 %).

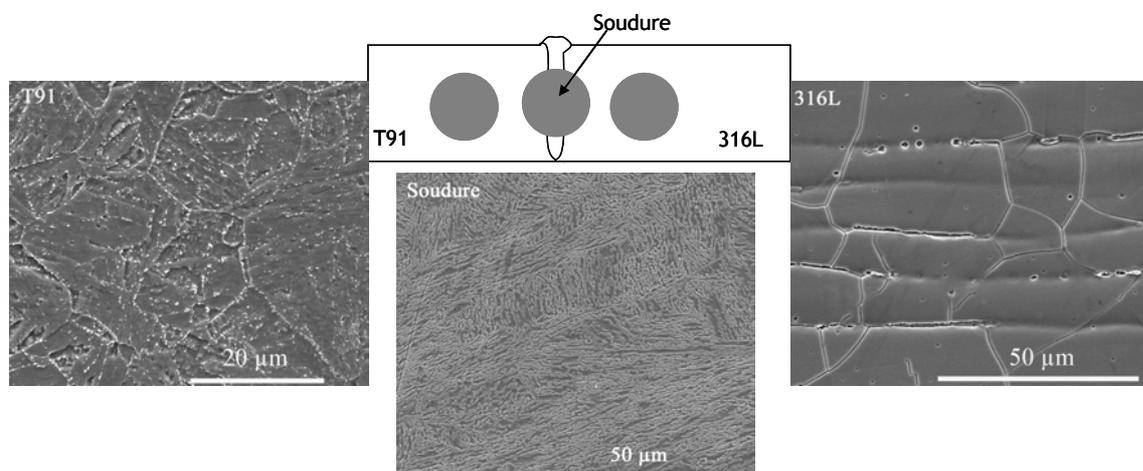


Figure 21 : microstructure au niveau des matériaux de base et du joint soudé

La soudure, qui correspond au matériau fondu, est d'environ 1 mm de largeur et, présente une microstructure aciculaire, expliquée par sa composition chimique (12% de Cr, 4.5 % de Ni) qui est intermédiaire entre celle de l'acier T91 (8.8% de Cr, 0.1 % de Ni) et de l'acier 316L (16.7% de Cr, 10.2 % de Ni). Des essais de dureté montrent que la zone la moins ductile est la soudure (Tableau 6).

Zone du joint soudé	Acier T91	Acier 316L	Soudure
Dureté : HV	212 ± 10	169 ± 3	327 ± 8

Tableau 6 : dureté Vickers (mesurée à 5Kg) du joint soudé

Tenue du joint soudé en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth

Des essais de Small Punch test à l'air et dans l'eutectique Plomb-Bismuth ont été effectués à 300°C et à 380°C sur des éprouvettes constituées de chacun des aciers de base et de la soudure (Figure 22). Les échantillons comportant le matériau soudé sont aussi constitués des deux aciers de base ; c'est donc le joint soudé (T91+matériau soudé+316L) qui est en réalité testé.

Les essais menés sur chacun des matériaux de base montrent à l'air comme en présence de métal liquide un comportement ductile (courbe SPT des matériaux ductiles et rupture ductile avec aucun effet du LBE) (Figure 22).

Concernant le joint soudé, un effet du LBE est observé (Figure 22). Les zones 1 et 2 (flexion élastique et plastique) des courbes SPT ne sont pas modifiées, cependant en présence du métal liquide, la rupture a lieu plus tôt au niveau de la zone 3 (étirement de l'éprouvette). La chute d'énergie à rupture due à la présence du LBE est de 30%.

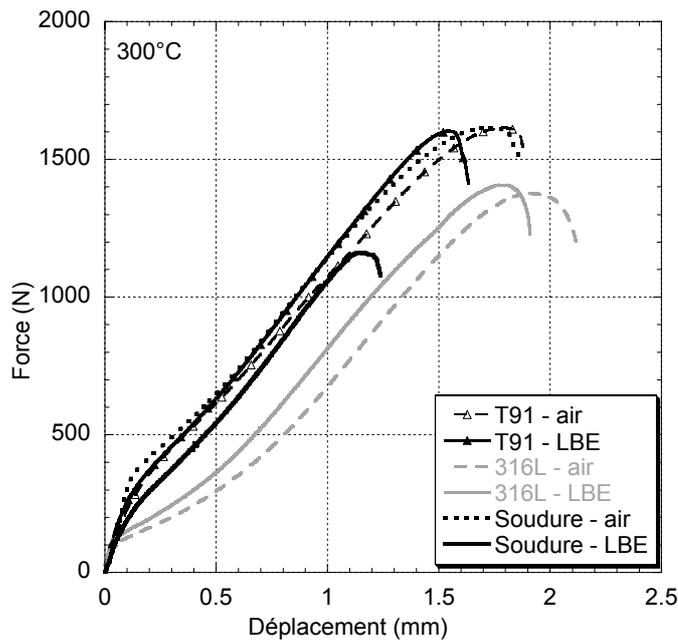


Figure 22 : courbes effort-déplacement obtenues lors d'essais SPT à 300°C, à l'air et en LBE pour les différents constituants du joint soudé : acier 316L, acier T91, soudure

A l'air, le matériau semble se comporter comme un matériau « homogène » : la fissure est circulaire ou semi-circulaire avec une faciès de rupture ductile. Cependant, pour certaines éprouvettes, la fissure (Figure 23) initialement semi circulaire tend à se propager linéairement au niveau de l'interface entre la soudure et l'acier T91. La fissure circulaire est majoritairement présente au niveau de l'acier T91. Le faciès de rupture au niveau de la fissure circulaire est ductile tandis que celui au niveau de la fissure linéaire est plus lisse et correspond à une décohésion. Ces observations permettent de conclure à une bonne tenue mécanique du joint soudé, cela même si une fissuration est observée au niveau de l'interface acier T91 / soudure. En effet, au début de l'essai de SPT (zone 1 et 2), la partie la plus contrainte de l'échantillon est celle qui est constituée uniquement de la soudure. Si le soudage avait entraîné une fragilisation de l'interface ou du matériau provenant du métal fondu (ségrégation chimique ou microstructurale, porosité), une rupture fragile ou une décohésion de la soudure ou au niveau de l'interface aurait lieu en début d'essai. Au contraire, malgré les différences de composition chimique et de dureté, à l'interface T91/soudure, nous observons un grand nombre de bandes de glissement, marques d'une déformation plastique relativement importante. La rupture préférentielle au niveau de l'acier T91 peut s'expliquer par la plus grande ductilité de l'acier 316L et le contrôle en déplacement de l'essai SPT, qui impose au

niveau des deux aciers un même déplacement de matière. Le T91 étant plus dur et moins ductile que l'acier 316L, il va alors supporter des contraintes plus importantes. Ainsi, il protège en quelque sorte mécaniquement l'acier 316L, et sera le siège préférentiel de la rupture. De plus, comme le montrent les courbes effort-déplacement obtenues en SPT, le comportement du joint soudé est alors similaire à celui de l'acier T91 (Figure 22).

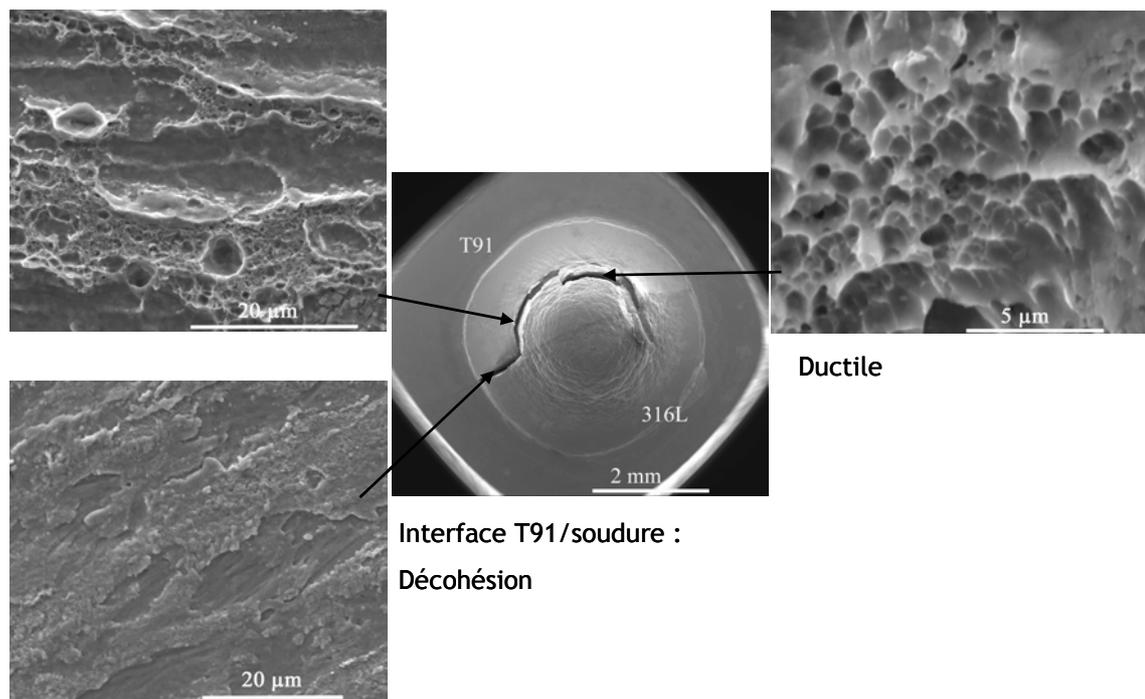


Figure 23 : vue macroscopique de la fissuration du joint soudé testé à 300°C à l'air, et des faciès de rupture

En LBE, deux types de fissurations sont observés. Le premier correspond à une fissure initialement semi-circulaire ductile, localisée pour une large part au niveau de l'acier T91, qui tend à se propager linéairement au niveau de l'interface entre l'acier T91 et la soudure. Le faciès de rupture au niveau de l'interface présente l'aspect de décohésion comme observé à l'air. Le second type (Figure 24) présente une fissure circulaire, essentiellement localisée au niveau de l'acier T91, qui s'accompagne de petites fissures radiales. L'interface entre l'acier T91 et la soudure est aussi fissurée. Les faciès de rupture de la fissure principale sont ductiles au niveau de la soudure, de l'acier T91 et de l'acier 316L. La fissuration de l'interface présente une décohésion, les fissures radiales au niveau de l'acier T91, un aspect fragile.

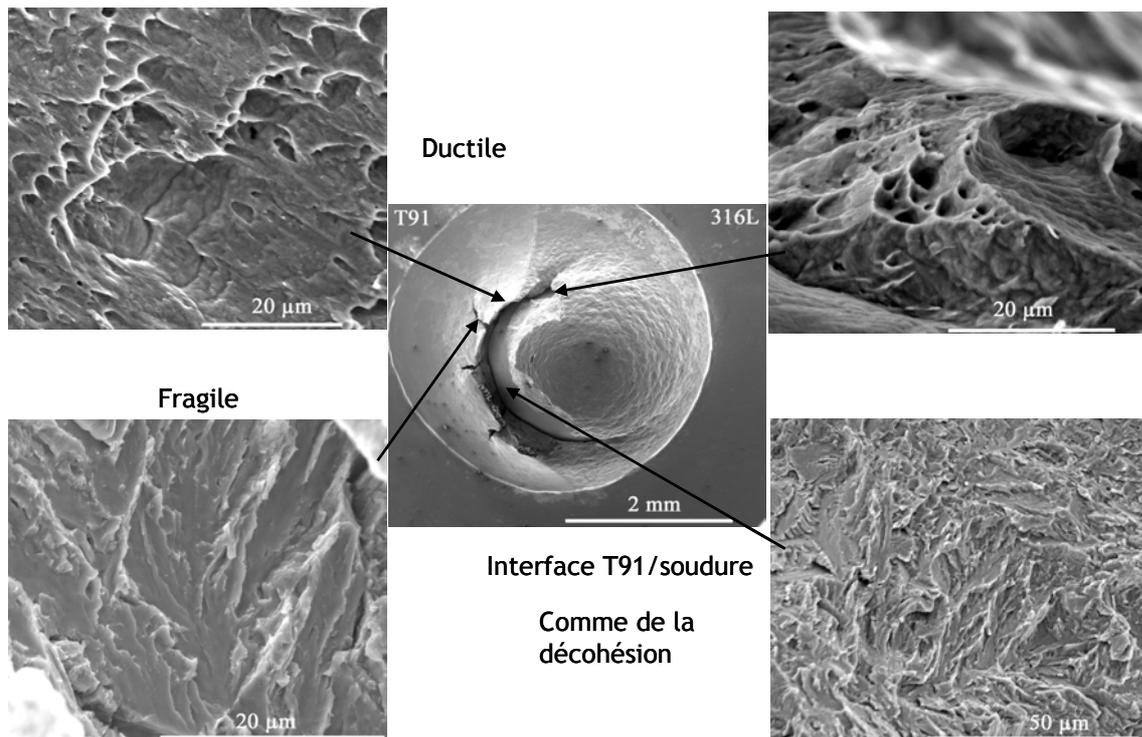


Figure 24 : vue macroscopique de la fissuration du joint soudé testé à 300°C en LBE, et des faciès de rupture

En LBE, le début de l'essai est similaire à celui obtenu à l'air : déformation de la partie soudure, concentration des contraintes au niveau de l'acier T91 et rupture de celui-ci. Cependant, apparaissent des fissures radiales fragiles au niveau de l'acier T91. Ces fissures ne peuvent pas être seulement un effet de la présence de métal liquide. En effet, un faciès fragile n'a jamais été observé pour de l'acier T91 TR750 (dureté de 256) [Ser07].

Généralement, lors des essais de SPT, les fissures radiales sont observées lorsque la capacité de déformation plastique du matériau est faible. Ainsi, lors d'essais de SPT pour l'acier T91 TR500 (microstructure de dureté importante), les échantillons testés à l'air et à 300°C [Ser07] présentent des fissures radiales. Du fait de la présence de l'acier 316L, matériau plus ductile, et du contrôle de l'essai en déplacement, il existe une concentration des contraintes au niveau de l'acier T91, qui provoque l'apparition de fissures radiales. La formation de fissures en métal liquide et donc de surfaces fraîches en contact avec le LBE mènent à une diminution locale de la valeur critique du facteur d'intensité de contraintes du matériau [Leg00, Nic01]. Cette diminution, associée à des contraintes élevées et à un effet de triaxialité des contraintes au niveau des fissures radiales peut expliquer la fragilité locale de l'acier T91.

Ainsi, la faible tenue mécanique du joint soudé en présence de l'eutectique LBE n'est pas la conséquence d'un comportement mécanique médiocre des interfaces entre métaux de bases et soudure, ou de la soudure elle-même. La sensibilité du joint soudé à la présence de LBE est attribuée à d'importantes différences dans la capacité de chacun des matériaux à se déformer plastiquement.

De plus, lors de cette étude, une fragilisation de l'acier T91 présentant une dureté et donc une limite d'élasticité faible a été observée. Ce résultat, qui s'explique par des concentrations de contraintes importantes, remet en cause l'insensibilité de l'acier T91¹ à la fragilisation en présence de LBE.

Fragilisation par les Métaux Liquides de matériaux ductiles

Les différentes observations semblent montrer que la fragilisation par les métaux liquides concerne prioritairement des matériaux durs, à haute limite d'élasticité [Kam73, Sto82, Fer94, Fer97, Leg00, Nic01, Ser07, Ser08]. Ainsi en modifiant le traitement thermique de l'acier T91, on a pu mettre en évidence un risque de FML pour un état métallurgique menant à un matériau à haute limite d'élasticité. De même, l'écrouissage de l'acier 316L impliquant une augmentation de sa limite d'élasticité provoque une sensibilité de cet acier à la présence de métal liquide. Ainsi, dans le but d'augmenter la fiabilité des structures en contact avec un métal liquide, les recherches s'orientent naturellement vers le choix d'un matériau ou d'un revêtement particulièrement ductile. Dans ce cadre et afin de protéger l'acier T91 de dégradations dues à la présence de l'eutectique Plomb-Bismuth, nous avons étudié, en collaboration avec l'équipe du Pr Michel Vilasi de l'Université de Nancy, la tenue de l'acier T91 revêtu par un alliage Fe-Cr ductile.

Une chromisation par pack-cémentation² a été effectuée sur l'acier T91 à 1100°C pendant 4 heures, permettant l'obtention d'un dépôt d'une solution Fe-Cr de 130 µm d'épaisseur, de micro dureté faible Hv₅₀ égale à 220 en moyenne et de composition comprise entre 10 %, à l'interface avec l'acier, à 35 %, en surface, de chrome (Figure 25).

¹ Acier T91 dans son état métallurgique normalisé : austénitisation à 1050°C pendant une heure, trempe à l'air, revenu à 750°C (noté TR750).

² Ce procédé est explicité au chapitre suivant.

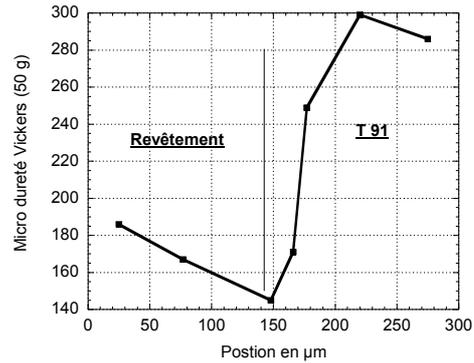
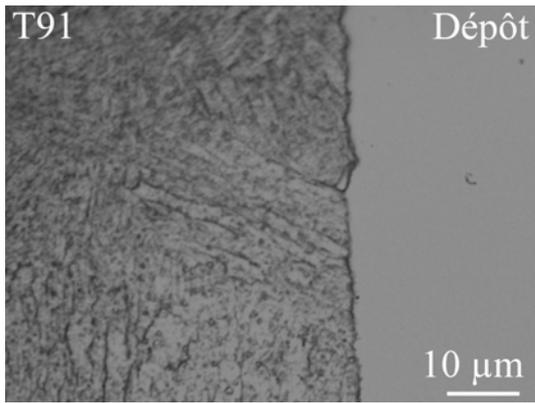


Figure 25 : T91 revêtu par une solution de Fe-Cr : observation métallographique au MEB et profil de micro-dureté suivant une section d'un échantillon de SPT

Des essais de SPT ont été effectués sur des disques d'acier T91 ainsi revêtu. Les courbes force-déplacement, enregistrées lors d'essais de Small Punch Test menés à l'air et en LBE à 300°C (Figure 26) montrent un comportement ductile à l'air et fragile en métal liquide.

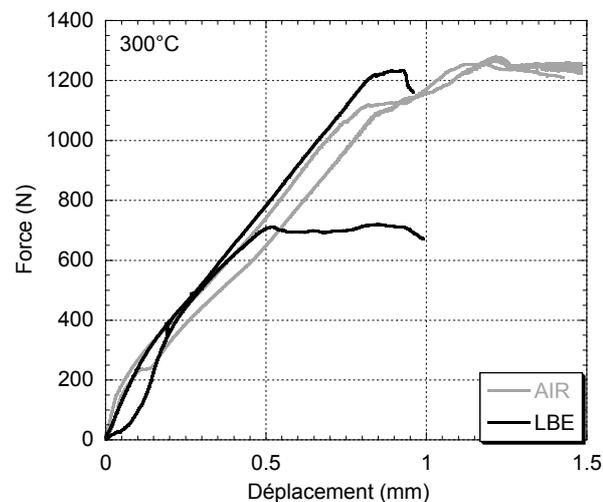


Figure 26 : courbes force-déplacement obtenues à 300°C à l'air et en présence de LBE de l'acier T91 revêtu d'une solution solide Fe-Cr

L'observation des faciès de rupture au MEB (Figure 27) montre un comportement ductile du T91 et du revêtement à l'air et un comportement fragile en LBE non seulement pour l'acier T91, de dureté élevée, mais aussi pour la solution Fe-Cr de dureté faible.

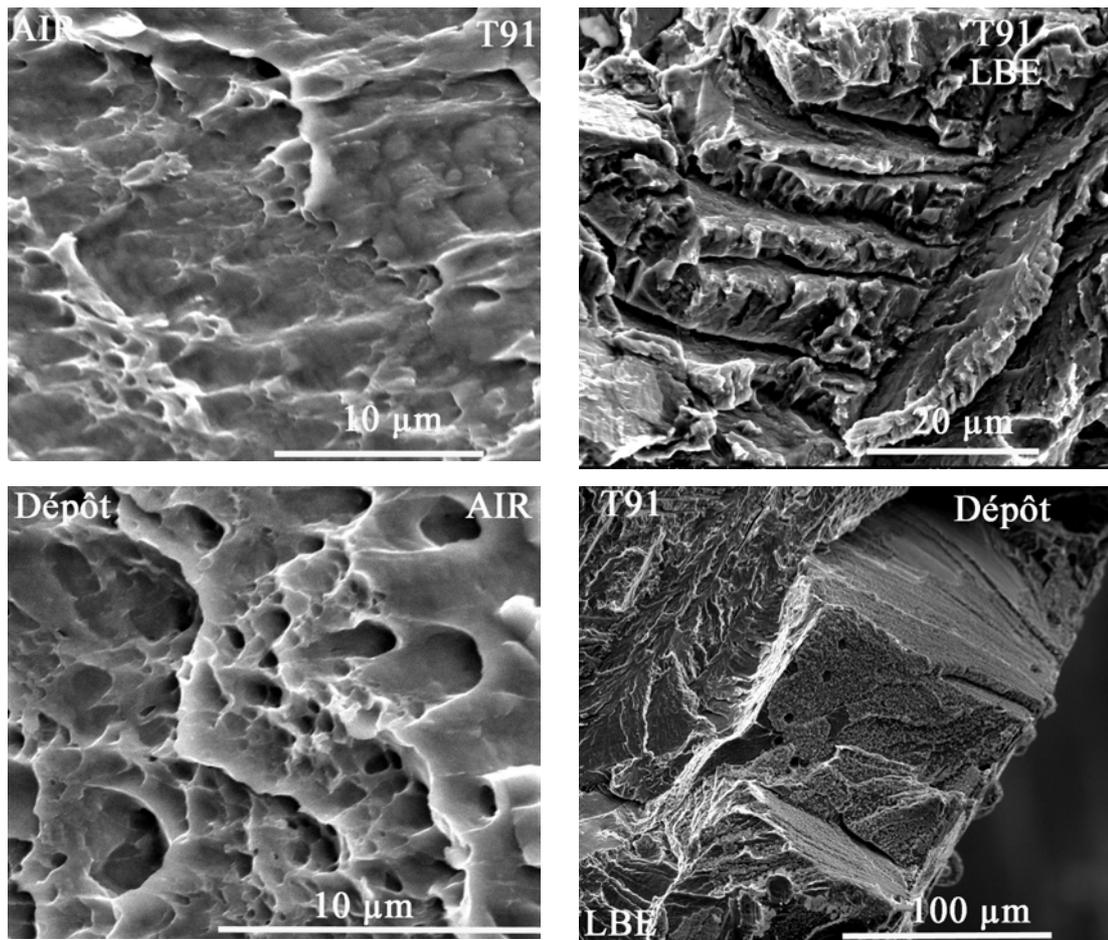


Figure 27 : Faciès de rupture après essai de SPT à 300°C, à l'air (à gauche) et en LBE (à droite) du T91 revêtu par une solution de Fe-Cr

Les essais montrent qu'il existe une transition ductile / fragile induite par l'eutectique Plomb-Bismuth de la solution solide Fe-Cr, pourtant déformable plastiquement à la vue de sa dureté Vickers (210 environ). Ainsi, l'idée que la fragilisation par métal liquide s'adresse avant tout aux matériaux durs, perd ici sa crédibilité. L'idée qu'il faille favoriser des matériaux ou des dépôts mous et ductiles, pour augmenter la fiabilité d'un composant, est défailante.

La FML du fer par le plomb liquide a déjà été observée [Fer96], mais pas celle du fer par le bismuth. Aucune donnée sur la fragilisation du chrome n'est présente dans la littérature. Afin de mieux comprendre les facteurs entraînant la FML de matériaux ductiles, la compréhension de la FML d'alliages Fe-Cr par l'eutectique Plomb-Bismuth fait actuellement l'objet d'une étude en collaboration avec l'équipe du Pr Michel Vilasi de l'université de Nancy dans le cadre d'une action de recherche financée par le GdR GEDEPEON.

Conclusion

Ces travaux ont permis de montrer la pertinence de l'essai de Small Punch Test pour l'étude de la sensibilité de matériaux métalliques à la présence d'un métal liquide. En effet, la zone de l'échantillon la plus sollicitée mécaniquement étant la surface en contact avec le métal liquide (au moins en début d'essai), le SPT met en relief les phénomènes ayant lieu à l'interface métal liquide / matériau. Cependant, les difficultés dans l'interprétation des faciès de rupture ne permettent pas une interprétation aisée de l'accélération de l'endommagement par les métaux liquides.

Les différents cas étudiés montrent clairement que la sensibilité à la présence d'un métal liquide ne se réduit pas au phénomène de la fragilisation par les métaux liquides. L'accélération de l'endommagement par les métaux liquides a été observée sur des aciers réputés ductiles, qui *a priori* ne sont pas sensibles à la présence de métal liquide. Les propriétés mécaniques du matériau, notamment sa limite d'élasticité (sa dureté) sont des paramètres importants, mais nous avons montré que des matériaux ductiles pouvaient être fragilisés par la présence d'un métal liquide. Les paramètres matériaux et ceux décrivant l'interface entre le métal liquide et l'alliage métallique semblent avoir une importance prépondérante. Ces derniers sont mal connus et mal maîtrisés. L'essai SPT, qui utilise des petites éprouvettes, peut permettre un meilleur contrôle de l'interface métal liquide / alliage métallique, soit en utilisant des éprouvettes avec une interface contrôlée (par XPS¹), soit par un contrôle strict de la chimie du bain liquide (notamment de sa teneur en oxygène). La mise en place d'essai SPT en environnement métal liquide contrôlé est actuellement en cours au sein de l'équipe MPGM de l'UMET, par la conception et le développement d'une boîte à gants adaptée².

Références

[Abe06] Abendroth M., Kuna M., Identification of ductile damage and fracture parameters from the small punch test using neural networks, *Engineering Fracture Mechanics* 73, 710-725, 2006

¹ Ce point sera abordé dans le chapitre suivant.

² Cette action s'inscrit dans deux projets financés par le GDR GEDEPEON concernant la tenue de matériaux en contact avec le LBE mais aussi le sodium.

- [Aug08] Auger T., Serre I., Lorang G., Hamouche Z., Gorse D., Vogt J-B., Role of oxidation on LME of T91 steel studied by Small Punch Test, *Journal of Nuclear Materials* 376, Issue 3, 336-340, 2008
- [Aug05] Auger T., Lorang G., Liquid metal embrittlement susceptibility of T91 steel by lead-bismuth, *Scripta Materialia* 52, Issue 12, 1323-1328, 2005
- [Aug04] Auger T., Lorang G., Guérin S., Pastol J-L., Gorse D., Effect of contact conditions on embrittlement of T91 steel by lead-bismuth, *Journal of Nuclear Materials* 335, 327-231, 2004
- [Bul02] Bulloch, J.H., A review of the ESB small punch test data on various plant components with special emphasis on fractographic details, *Engineering Failure Analysis* 9, 511-534, 2002
- [Bul95] Bulloch, J.H., The small punch toughness test : somme detailed fractographic information, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 63, 177-194, 1995
- [Cam04] Campitelli E.N., Spatig P., Bonade R., Hoffelner W., Victoria M., Assessment of the constitutive properties from small ball punch test: experiment and modeling, *Journal of Nuclear Materials* 335(3), 366-378, 2004
- [Cle03] Clegg R.E., Jones D.R.H., Liquid metal embrittlement of tensile specimens of EN19 steel by Tin, *Engineering Failure Analysis* 10, 119-130, 2003
- [Dai06] Dai Y., Long B., Groeschel F., Slow strain rate tensile tests on T91 in static lead-bismuth eutectic, *Journal of Nuclear Materials* 356, 222-228, 2006
- [Dob04] Dobes F., Milicka K. and Kratochvil P., Small punch creep in Fe28Al3Cr0.02Ce alloy, *Intermetallics* 12(12), 1397-1401, 2004
- [Fer97] Fernandes, P. J. L., Jones, D. R. H., The effects of microstructure on crack initiation in liquid-metal embrittlement, *Engineering Failure Analysis* 4, 195-204, 1997
- [Fer97] Fernandes, P. J. L., and Jones, D. R. H., Mechanisms of liquid metal induced embrittlement. *International Materials Reviews* 42, 251-261, 1997
- [Fer96] Fernandes, P. J. L., Jones, D. R. H., Specificity in liquid metal induced embrittlement, *Engineering Failure Analysis* 3, 299-302, 1996
- [Fer94] Fernandes, P. J. L., Clegg R.E., Jones, D. R. H., Failure by liquid metal induced embrittlement. *Engineering Failure Analysis* 1, 51-63, 1994
- [Fin04] Finarelli D., Roedig M., Carsughi F., Small punch tests on austenitic and martensitic steels irradiated in a spallation environment with 530 MeV protons, *Journal of Nuclear Materials* 328, 146-150, 2004

- [Gam06] Gamaoun F., Dupeux M., Ghetta V., Gorse D., Cavity formation and accelerated plastic strain in T91 steel in contact with liquid lead, *Scripta Materialia* 50, 619-623, 2006
- [Giu03] Giuranno D., Gnecco F., Ricci E., Novakovic R., Surface tension and wetting behaviour of molten Bi-Pb alloys, *Intermetallics* 11, 1313-1317, 2003
- [Gla04] Glasbrenner H., Gröschel F., Bending tests on T91 steel in Pb-Bi eutectic, Bi and Pb-Li eutectic, *Journal of Nuclear Materials* 335, 239-243, 2004
- [Gor07] Gorse D., Handbook on Lead-bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties, Materials Compatibility, Thermal-hydraulics and Technologies, Chapter 7: Effect of LBE and Lead on Mechanical Properties of Structural Materials, OECD/NEA, 2007
- [Ham08] Hamouche-Hadjem Z., Auger T., Guillot I., Gorse D., Susceptibility to LME of 316L and T91 steels by LBE : effect of strain rate, *Journal of Nuclear Materials* 376, 317-321, 2008
- [Iss06] Isselin J., Iost A., Golek J., Najjar D., Bigerelle M., Assessment of the constitutive law by inverse methodology: Small punch test and hardness, *Journal of Nuclear Materials* 352(1-3), 97-106, 2006
- [Jia03] Jia X., Dai Y., Small punch tests on martensitic/ferritic steels F82H, T91 and Optimax-A irradiated in SINQ Target-3, *Journal of Nuclear Materials* 323, 360-367, 2003
- [Jos99] Joseph B., Picat M., Barbier F., Liquid metal embrittlement : a state-of-the-art appraisal, *European Physical Journal* 5, 19-31, 1999
- [Kam83] Kameda J., Buck O., Evaluation of the ductile-to-brittle transition temperature shift due to temper embrittlement and neutron irradiation by means of a small-punch test, *Materials Science and Engineering* 83, 29-38, 1986
- [Kam92] Kameda J., Mao X., Small Punch and TEM disc testing techniques and their application to characterization of radiation damage, *Journal of Materials science* 27, 983-989, 1992
- [Kam73] Kamdar, M. H., Embrittlement by liquid metals. *Progress in Materials Science* 15, 289-373, 1973
- [Kim05] Kim M.-C., Oh Y.J., Lee B.S., Evaluation of ductile-brittle transition temperature before and after neutron irradiation for RPV steels using small punch tests, *Nuclear Engineering and Design* 235, 1799-1805, 2005
- [Leg05] Legris A., Vogt J.-B. Verleene A., Serre I., Wetting and mechanical properties, a case study: liquid metal embrittlement of a martensitic steel by liquid lead and other liquid metals, *Journal of Materials Science* 40(9-10), 2459-2463, 2005

- [Leg00] Legris A., Nicaise G., Vogt J-B., Foct J., Gorse D., Vançon D., Embrittlement of a martensitic steel by liquid lead, *Scripta Materialia* 43, 997-1001, 2000
- [Ler02] Lerner J., McMahon J.C., The effect of precipitation hardening on the Hg-induced embrittlement of a Cu-Be alloy, *Materials Science and Engineering A336*, 72-74, 2002
- [Lin08] Linse T., Kuna M., Schuhknecht J., Viehrig H-W., Usage of the small-punch-test for the characterisation of reactor vessel steels in the brittle-ductile transition region, *Engineering Fracture Mechanics* 75, 3520-3533, 2008
- [Lon08] Long B., Dai Y., Investigation of LBE embrittlement effects on the fracture properties of T91, *Journal of Nuclear Materials* 376(3), 341-345, 2008
- [Luc90] Lucas G.E., Review of Small Specimen Tests Techniques for irradiation testing, *Metallurgical Transactions A. 21 A*, 1105-1119, 1990
- [Luc87] Lucas G.E., Okada A., Kiritani M., Parametric analysis of the disc bend test, *Journal of Nuclear Materials* 141-143, 532-535, 1986
- [Lyn88] Lynch S.P., Environmentally assisted cracking overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process, *Acta Metallurgica* 36, 2639-2661, 1988
- [Lyn85] Lynch S.P., Mechanisms of stress-corrosion cracking and liquid metal embrittlement in Al-Zn-Mg bicrystals, *Journal of materials science* 20, 3329-3338, 1985
- [Lyn85] Lynch S.P., Cleavage of aluminium single crystals in metal liquid environment, *Materials Science and Engineering* 72 (2), 33-37, 1985
- [Mao91] Mao X., Kameda J., Small punch technique for measurement of material degradation of irradiated ferritic alloys, *Journal of material science* 26, 2436-2440, 1991
- [Mao87] Mao X., Takahashi H., Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk (\varnothing 3 mm) small punch tests. *Journal of Nuclear Materials* 150, 42-52, 1987
- [Mao87] Mao X., Shoji T., Takahashi H., Characterization of fracture behavior in small punch test by combined reccrystallization-etch method and rigid plastic analysis, *Journal of testing and evaluation* 15 (1), 30-37, 1987
- [Med08] Medina-Almazan L., Auger T., Gorse D., Liquid metal embrittlement of an austenitic 316L type and a ferritic-martensitic T91 type steel by mercury, *Journal of Nuclear Materials* 376, 312-316, 2008
- [Mis87] Misawa T., Adachi T., Saito M., Hamaguchi Y., Small punch tests for evaluating ductile-brittle transition behavior of irradiated ferritic steels, *Journal of Nuclear Materials* 150, 194-202, 1987

- [Mis91] Misawa T., Ohtsuka T., Seo M., Saito M., Comparison of stress corrosion cracking susceptibility of austenitic and ferritic stainless steels in small punch testing, *Journal of Nuclear Materials* 179-181, 611-614, 1991
- [Nam09] Nam H.S., Srolovitz D.J., Effect of material properties on liquid metal embrittlement in the Al-Ga system, *Acta Materialia* 57, 1546-1553, 2009
- [Nic01] Nicaise G., Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2001
- [Nic61] Nichols H., Rostoker W., On the mechanism of crack initiation in embrittlement by liquid metals, *Acta Metallurgica* 9, 504-509, 1961
- [Old80] Old C.F., Liquid metal embrittlement of Ina and Koizumi 2004) of nuclear materials, *Journal of nuclear Materials* 92, 2-25, 1980
- [Ser09] Serre I., Vogt J-B., Mechanical properties of 316L/T91 weld joint tested in Lead-Bismuth liquid, *Materials & Design* 30, 3776-3783, 2009
- [Ser08] Serre I., Vogt J-B., Heat Treatment Effect of T91 martensitic steel on Liquid Metal Embrittlement, *Journal of Nuclear Materials* 376 (3), 330-335, 2008
- [Ser07] Serre I., Vogt J-B., Liquid Metal Embrittlement of the T91 martensitic steel evidenced by the Small Punch Test, *Nuclear Engineering and Design* 237 (7), 677-685, 2007
- [Ske94] Skeldon P, Hilditch J.P., Hurley J.R., Tice D.R., The liquid metal embrittlement of 9Cr steel in sodium environment and the role of non metallic impurities, *Corrosion Science* 36, 593-610, 1994
- [Son04] Song S.H., Faulkner R.G., Flewitt P.E.J., Marmy P., Weng, L.Q., Small punch test evaluation of neutron-irradiation-induced embrittlement of a Cr-Mo low-alloy steel. *Materials Characterization* 53, 35-41, 2004
- [Sto82] Stoloff, N. S., Metal induced embrittlement a historical perspective. Embrittlement by liquid and solid metals, M. H. Kamdar, 3-26, 1982
- [Sto63] Stoloff N.S. Johnston T.L., Crack propagation in a liquid metal environment, *Acta Metallurgica* 11, 251-256, 1963
- [Tho94] Thomas J.K., Lyer N.C., Peacock H.B., Begley J.A., Evaluation of liquid metal embrittlement of stainless steel 304 by cadmium-aluminium solutions, *Journal of Nuclear Materials* 210, 216-225, 1994
- [Ule99] Ule B., Sustar, T., Dobes F., Milicka K., Bicego V., Tettamanti S., Maile K., Schwarzkopf C., Whelan M.P., Kozlowski R.H., Klaput J., Small punch test method assessment for the determination of the residual creep life of service exposed

- components: outcomes from an inter laboratory exercise, *Nuclear Engineering and Design* 192, 1-11, 1999
- [Van09] Van den Bosch J., Coen G., Almazouzi A., Degrieck J., Fracture toughness assesment of ferritic-martensitic steel in liquid lead-bismuth eutectic, *Journal of Nuclear Materials* 385, 250-257, 2009
- [Van08] Van den Bosch J., Bosch R.W. Sapundjiev D., Almazouzi A., Liquid metal embrittlement susceptibility of ferritic-martensitic steel in liquid lead alloys, *Journal of Nuclear Materials* 376, 322-329, 2008
- [Van06] Van den Bosch J., Sapundjiev D., Almazouzi A., Effects of temperature and strain rate on the mechanical properties of T91 material tested in liquid lead bismuth eutectic, *Journal of Nuclear Materials* 356, 237-246, 2006
- [Ver05] Verleene A., Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2005
- [Vog04] Vogt J-B., Verleene A., Serre I. Legris A., Mechanical behaviour of the T91 martensitic steel under monotonic and cyclic loadings, *Journal of Nuclear Materials* 335, 222-226, 2004
- [Yu99] Yu J., Na E.G., Chung S. H, Assessment of stress corrosion cracking susceptibility by a small punch test, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 22, 889-896, 1999

**Influence des propriétés de
surface sur le comportement
mécanique en présence de
métal liquide**

Introduction

La sensibilité d'un matériau à la présence d'un métal liquide dépend de différents paramètres : propriétés mécaniques et composition du matériau, conditions d'interface entre le matériau et le métal liquide, température, présence ou non d'un oxyde natif, composition du métal liquide (présence d'oxygène) ... Dans ce chapitre, nous allons étudier l'influence des conditions de surface du matériau (acier martensitique T91) sur sa sensibilité à la présence de métal liquide (eutectique Plomb-Bismuth). Tout d'abord, nous nous intéresserons à l'influence de la présence et de la nature d'une couche d'oxyde sur la tenue de l'acier T91 en présence de LBE. Dans une seconde partie, seront présentés des dépôts élaborés en vue de protéger l'acier T91 des phénomènes de corrosion par le LBE contenant de faible quantité d'oxygène. L'impact de la présence d'un dépôt sur la tenue de l'acier T91 revêtu sera étudié en fonction de la nature des dépôts.

Influence de la nature de la couche d'oxyde

Les différents essais menés pour étudier la sensibilité de l'acier martensitique T91 par l'eutectique Plomb-Bismuth (LBE) [Leg00, Nic01, Aug05, Dai06, Ser07] concluent à la nécessité d'un contact direct entre le métal liquide et l'acier T91, c'est-à-dire l'acier sans sa couche d'oxyde, pour que l'acier T91 soit sensible à la présence de LBE. Cependant, lors des essais, jamais l'interface entre le métal liquide et le matériau n'a pu être précisément contrôlée afin d'effectuer un essai sur une éprouvette d'acier T91, sans sa couche d'oxyde, en présence de LBE. L'essai de SPT, nécessitant des échantillons de petite taille, il a été appliqué sur des échantillons d'acier T91 un traitement de surface particulier permettant non seulement d'effectuer des essais avec de l'acier T91 sans couche d'oxyde natif, mais aussi avec une couche d'oxyde contrôlée.

Cette étude a été menée avec Thierry Auger au CECM¹ [Aug08] et financée dans le cadre d'une action de recherche du GdR GEDEPEON.

¹ Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique (UPR CNRS 2801) à Vitry, fermé en janvier 2008

Protocole expérimental

Avant la réalisation des essais de SPT au LMPGM, la préparation des surfaces, effectuées au CECM, a deux buts :

- contrôler la surface de l'acier T91 c'est-à-dire connaître la nature de l'oxyde présent à la surface,
- contrôler l'interface entre la surface de l'échantillon et le métal liquide c'est-à-dire assurer un contact direct entre la surface du matériau et l'eutectique Plomb-Bismuth.

La petite taille et la géométrie des échantillons de SPT ont permis de mettre en œuvre et de compléter la préparation de surface décrite ci-après qui initialement avait été développée pour des éprouvettes de tractions cylindriques [Aug05]. Celle-ci se décompose en plusieurs étapes :

étape 1 : la surface (oxydée) de l'acier T91¹ est décapée ioniquement par des ions de Krypton à 3 KeV dans la chambre d'un XPS (spectroscopie de photoélectrons X) ce qui permet de caractériser la surface avant et après le décapage. A l'issue de cette étape, la surface de T91 est vierge de toute couche d'oxyde (moins de 1% de la surface couverte d'une couche d'oxyde d'une monocouche atomique).

étape 2 : la surface est re-oxydée en contrôlant le temps d'oxydation et la pression d'oxygène afin d'obtenir différentes conditions de surface (différents types de couche d'oxydes, différentes épaisseurs). La nature de l'oxyde formé, ainsi que son épaisseur sont caractérisées par XPS.

étape 3 : les échantillons préparés sont transférés dans un chambre sous ultra vide où un dépôt de LBE est déposé par PVD (dépôt par voie physique). Ainsi un dépôt de LBE d'une épaisseur de 1 μm est déposé sur la surface de l'échantillon, alors protégée des effets de l'oxydation.

Les échantillons ainsi préparés ont été testés au LMPGM par des essais de SPT menés à 300°C et 250°C. La présence du dépôt de LBE permet d'effectuer des essais en métal liquide sans que l'on soit obligé d'ajouter du LBE.

¹Dans son état normalisé : austénitisation à 1050°C pendant une heure, revenu à 750°C pendant une heure

Résultats et discussions

Les différentes conditions de surface obtenues pour l'acier T91 sont résumées dans le tableau ci-dessous.

Conditions	Non oxydé	Faible oxydation	Forte oxydation	Oxydé à l'air
Durée d'exposition	0 heure	0.5 heure	4 heures	100 heures
Pression d'O ₂	0 mbar	20 mbar	20 mbar	210 mbar
Type d'oxyde	Pas d'oxyde	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃ - Fe ₃ O ₄
Epaisseur en monocouche		2-3	5-6	11-12

Tableau 1 : descriptions des différentes surfaces étudiées

Les courbes effort-déplacement enregistrées lors des essais de SPT (Figure 1) montrent une influence de la surface sur le comportement en présence de LBE.

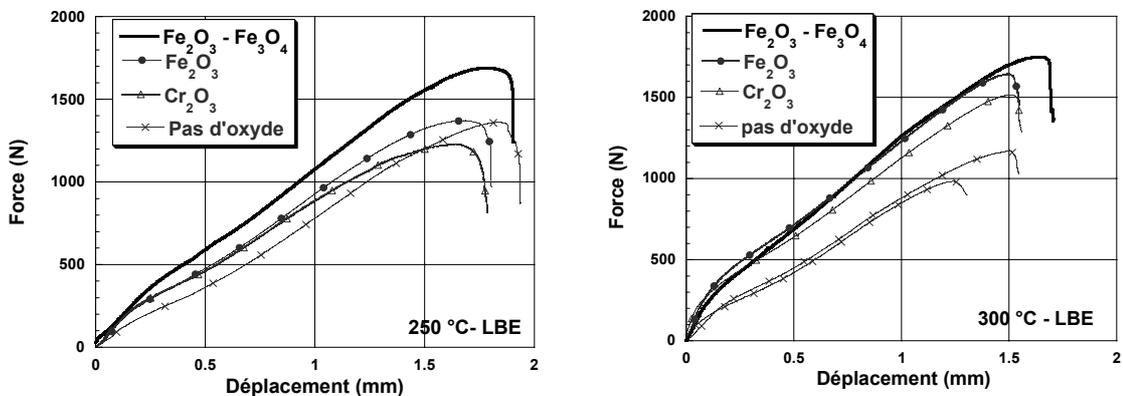


Figure 1 : courbe effort/déplacement à 250°C et à 300°C des différents échantillons testés en présence de LBE

Le tableau 2 récapitule les énergies nécessaires à la rupture des échantillons de Small Punch Test (d'épaisseur 500 µm) suivant la surface et la température. L'échantillon noté TR750 a été testé sans aucune préparation de surface : pas de décapage, pas de dépôt de LBE par voie PVD.

	Pas d'oxyde	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃ - Fe ₃ O ₄	TR750
Température d'essai	Non oxydé	Faible oxydation	Forte oxydation	Oxydé à l'air	Oxydé à l'air
250 °C	1.44 J	1.34 J	1.46 J	1.91 J	-
300 °C	0.87 J	1.40 J	1.52 J	1.79 J	1.84 J ± 0.15

Tableau 2 : énergie nécessaire à la rupture suivant la température d'essai et l'échantillon

On remarque des résultats similaires concernant les deux échantillons oxydés à l'air. Ceci tend à montrer que les conditions concernant le métal liquide ne sont pas modifiées par le fait que le LBE a été pré-déposé par PVD sur l'échantillon préparé. A 300 °C, la présence de métal liquide a un effet marqué sur le comportement mécanique de l'acier T91 ne comportant pas de couche d'oxyde c'est-à-dire lors d'un contact direct entre le métal liquide et l'acier. Ce résultat contribue à conforter les mécanismes avancés pour expliquer la FML de l'acier T91 en contact avec le LBE lors d'études précédentes [Leg00, Nic01, Ser07], notamment la condition de mouillage de l'acier T91 par le métal liquide qui semble nécessaire à la FML. On note qu'une couche d'oxyde de quelques dizaines de monocouches atomiques d'épaisseur (Fe₂O₃ - Fe₃O₄) permet d'éviter un effet du métal liquide. L'évolution de l'énergie nécessaire à la rupture en fonction des dépôts et la comparaison entre les courbes tendent à montrer une corrélation entre l'effet du métal liquide sur le comportement mécanique et l'épaisseur de la couche d'oxyde. Cependant les analyses MEB des faciès de rupture notamment à proximité de la surface de l'échantillon montrent des zones de rupture fragile seulement dans le cas d'échantillons sans couche d'oxyde ou avec une couche de Fe₂O₃. Ainsi au-delà de son épaisseur, la nature de l'oxyde semble être un paramètre capital par rapport à sa capacité protectrice vis-à-vis de la FML.

Influence de la présence d'un dépôt

Introduction et contexte de l'étude

Suivant le comportement mécanique et la tenue à la corrosion des matériaux dans les métaux liquides, la protection des surfaces des composants devant opérer en présence d'un métal liquide, peut s'avérer indispensable pour réduire non seulement les risques d'endommagement par corrosion-dissolution mais aussi ceux liés aux

sollicitations mécaniques, ainsi que l'endommagement résultant conjointement de l'environnement et des sollicitations mécaniques. Ainsi, l'acier martensitique T91 et l'acier inoxydable 316L en contact avec le LBE sont, suivant le taux d'oxygène présent dans le métal liquide, soit protégés par une couche d'oxyde, soit sujet à une dissolution. Parallèlement, sous sollicitation cyclique, la durée de vie de ces deux aciers tend à être diminuée par la présence de LBE. De plus, à partir d'essais réalisés sur un acier T91, Verleene a montré qu'une pré-immersion de cet alliage dans un bain de LBE à faible teneur en oxygène avait une incidence néfaste sur sa durée de vie en fatigue [Ver05] (Figure 2). Cependant, les essais de fatigue effectués avec l'acier 316L dans des conditions similaires ne montrent aucun effet néfaste significatif de la pré-corrosion (Figure 2).

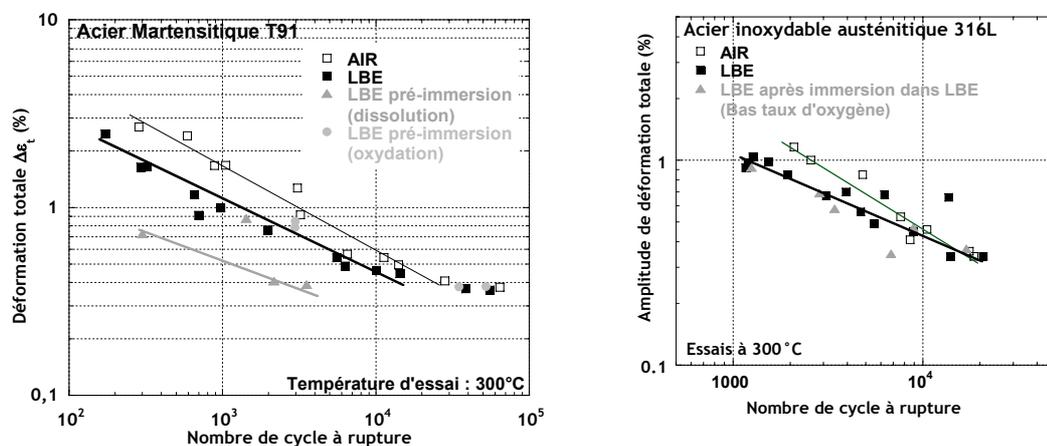


Figure 2 : influence de la présence de LBE et d'une pré-immersion en LBE à faible teneur en oxygène sur la durée de vie en fatigue oligocyclique des aciers T91 (à gauche) et 316L (à droite)

Dans le cas de l'acier T91, la formation d'un film d'oxyde, résultant d'une teneur en oxygène élevée dans le bain de métal liquide LBE est une option qui peut sembler intéressante car ce « revêtement » protecteur se forme spontanément dans les conditions d'emploi et tend à protéger le matériau non seulement vis-à-vis des phénomènes de corrosion mais aussi à diminuer le risque d'endommagement accéléré par les métaux liquides [Ver05] (Figure 2). Cependant, pour des composants de grande dimension mettant en jeu des volumes de LBE importants, des variations de teneur en oxygène dans le bain peuvent exister et conduire à des surfaces plus ou moins oxydées qui pourraient localement être attaquées et être le siège de l'endommagement du composant. Pour cette raison, dans le cas de l'utilisation de l'acier en contact avec du LBE, l'oxydation des surfaces n'apparaît pas suffisante

pour assurer la fiabilité du matériau vis-à-vis de l'endommagement mécanique-corrosion et on cherche à développer des revêtements pouvant limiter l'endommagement de l'acier par le métal liquide.

Ainsi, dans le cadre d'une collaboration avec l'équipe de Prof. Vilasi de l'université de Nancy, ont été développés (Nancy) et caractérisés (Lille et Nancy) différents types de revêtements. La tenue à la corrosion (Nancy) et la tenue mécanique (Lille) en présence de LBE ont été étudiées. Ce travail nous a permis d'étudier l'influence de différents facteurs sur les mécanismes menant à la FML ou à l'EAML.

Les différents dépôts développés à l'université de Nancy et leurs caractérisations

Pour protéger l'acier T91, deux classes de dépôts ont été envisagées :

- la formation de couches superficielles métalliques présentant une forte aptitude à se recouvrir d'un oxyde même en présence de faibles quantités d'oxygènes : ce sont le cas des aluminures (Fe_xAl_y) ou siliciures (Fe_xSi_y),
- la formation d'une couche de céramique directement en surface de l'acier T91, tels des carbures Cr_xC_y ou des borures (Fe_xB_y).

Par le procédé de pack-cémentation (Figure 3) [Dio08], dans le cadre de la thèse d'Ibra Diop, l'équipe du Pr M. Vilasi a développé différents dépôts susceptibles de protéger l'acier T91 (Tableau 3).

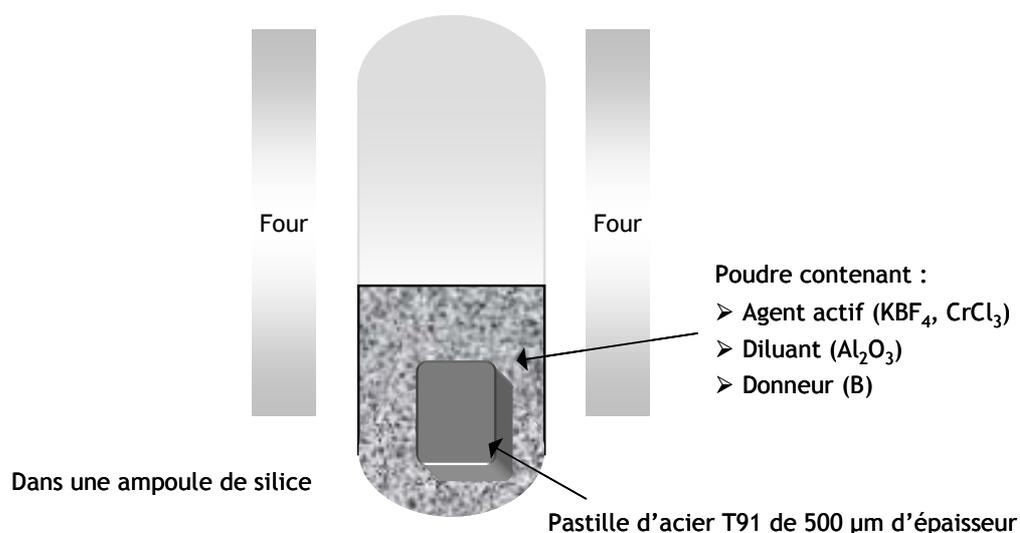


Figure 3 : schéma de principe du procédé de pack-cémentation

Dépôt	Epaisseur du dépôt	Micro-dureté du substrat	Micro-dureté du dépôt
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{Al}_3 + \text{FeAl}$	Entre 40 et 65 μm	Entre 255 et 295	900
FeAl (+ Fe_3Al)	Entre 5 et 10 μm	Entre 240 et 260	
Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr (sans post traitement)	20 μm (carbure de 2 à 3 μm)	400 à cœur et 500 pour la zone intermédiaire proche du dépôt	
Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr (avec post traitement)	20 μm (carbure de 2 à 3 μm) + une zone intermédiaire	240 à cœur et 150/200 pour la zone intermédiaire proche du dépôt	
FeB	40 μm + une zone intermédiaire	280	340

Tableau 3 : différents dépôts développés à l'université de Nancy

Ces dépôts ont été caractérisés puis leur tenue à la corrosion ainsi que leur comportement mécanique en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth ont été étudiés. Dans le cadre de ce chapitre, nous nous intéressons au comportement mécanique.

Résultats des essais de SPT à l'air et en LBE

Formation d'une couche métallique ayant une forte aptitude à se recouvrir d'un oxyde

La couche métallique envisagée est à base de fer et d'aluminium, la présence d'aluminium permettant la formation spontanée d'une couche d'alumine protectrice. Deux dépôts ont été élaborés :

- un dépôt constitué de Fe_2Al_5 et d'une sous-couche de FeAl,
- un dépôt de FeAl.

Le premier dépôt a été élaboré à 650°C durant 30 minutes, et ne nécessite pas de post traitement thermique. Le substrat possède une micro-dureté comprise entre 255 et 295 Hv_{50} et celle de la couche de revêtement Fe_2Al_5 est d'environ 900 Hv_{50} . La couche d'alumine en surface et celle de FeAl à l'interface entre le dépôt et le T91 sont très fines en épaisseur (Figure 4).

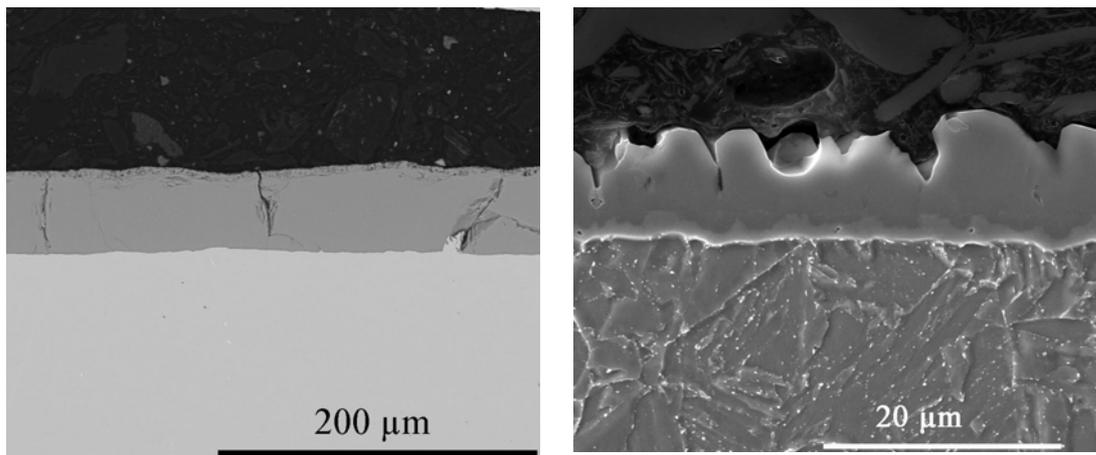


Figure 4 : observation au MEB de l'acier T91 revêtu de dépôts à base d'aluminium

Des couches de FeAl (cubique centré) ont été développées car, *a priori*, elles devaient s'avérer plus résistantes à la fragilisation par LBE dans la mesure où elles sont plus ductiles que celles de Fe₂Al₅ (orthorhombique). Le dépôt constitué de FeAl est obtenu par pack cémentation à 650°C pendant une heure. Aucun traitement thermique n'est effectué après dépôt. Le dépôt est constitué très majoritairement de FeAl. A l'interface avec le substrat, on observe, après essai de SPT à 300°C, une fine couche de Fe₃Al de 1,5 μm au maximum et qui semble provenir de phénomène de diffusion ayant lieu lors des essais de SPT à 300°C. L'épaisseur du dépôt est comprise entre 5 et 10 μm. La micro-dureté au niveau du T91 est comprise entre 240 et 260 Hv (Figure 4).

Les courbes force-déplacement, enregistrées lors des essais SPT (Figure 5) montrent que l'acier T91 revêtu d'un dépôt à base d'aluminium est sensible à la présence de LBE. Les essais effectués à l'air présentent une courbe typique de celle des matériaux ductiles. En ce qui concerne le comportement de l'acier revêtu en contact avec le LBE, on observe une rupture prématurée des échantillons testés en LBE (effort maximal, déplacement à rupture, énergie nécessaire à la rupture inférieurs) pour les deux types de dépôts. Les zones 1, 2 et une grande partie de la zone 3 (domaine élastique et une grande part du domaine plastique) sont identiques à l'air et en LBE. Cependant en LBE, pour le revêtement à base de Fe₂Al₅, nous observons des « décrochements » de la courbe de SPT qui pourraient être dus à la formation de fissures, au niveau du dépôt.

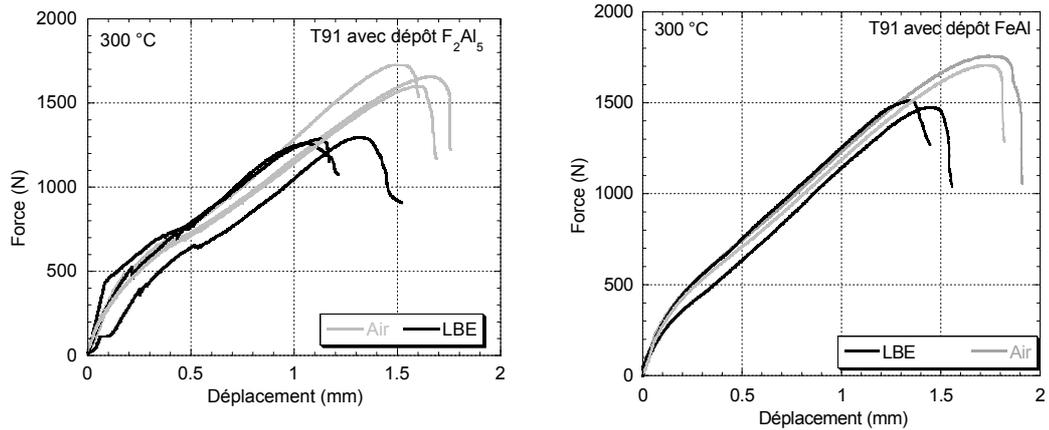


Figure 5 : courbes d'essais de Small Punch Test à 300 °C à l'air et en LBE, du T91 revêtu par les dépôts à base d'aluminium

L'analyse des faciès de rupture montre que, pour les deux types de revêtement (Figures 6 et 7), le dépôt est fragile à l'air et dans le LBE.

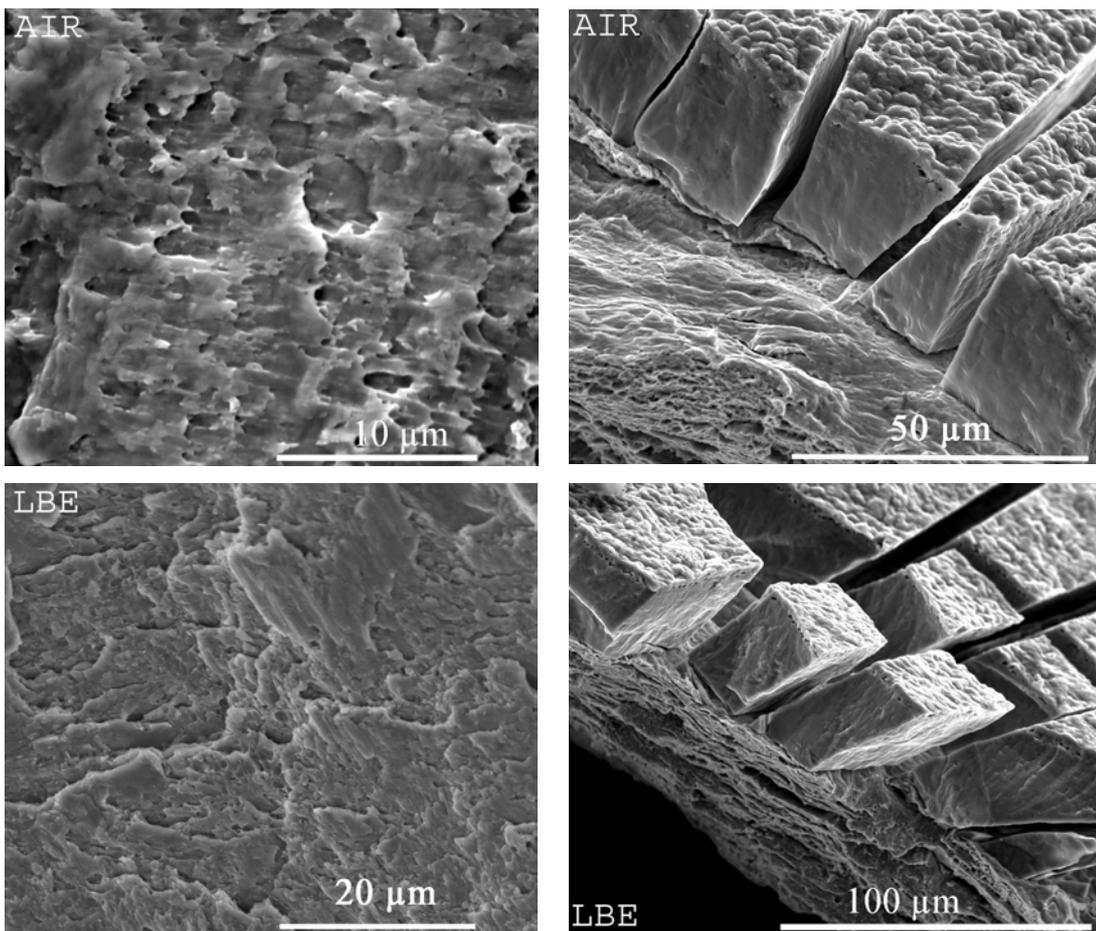


Figure 6 : T91 revêtu par Fe_2Al_5 : faciès de rupture à 300 °C à l'air et en LBE : à gauche le substrat et à droite le dépôt

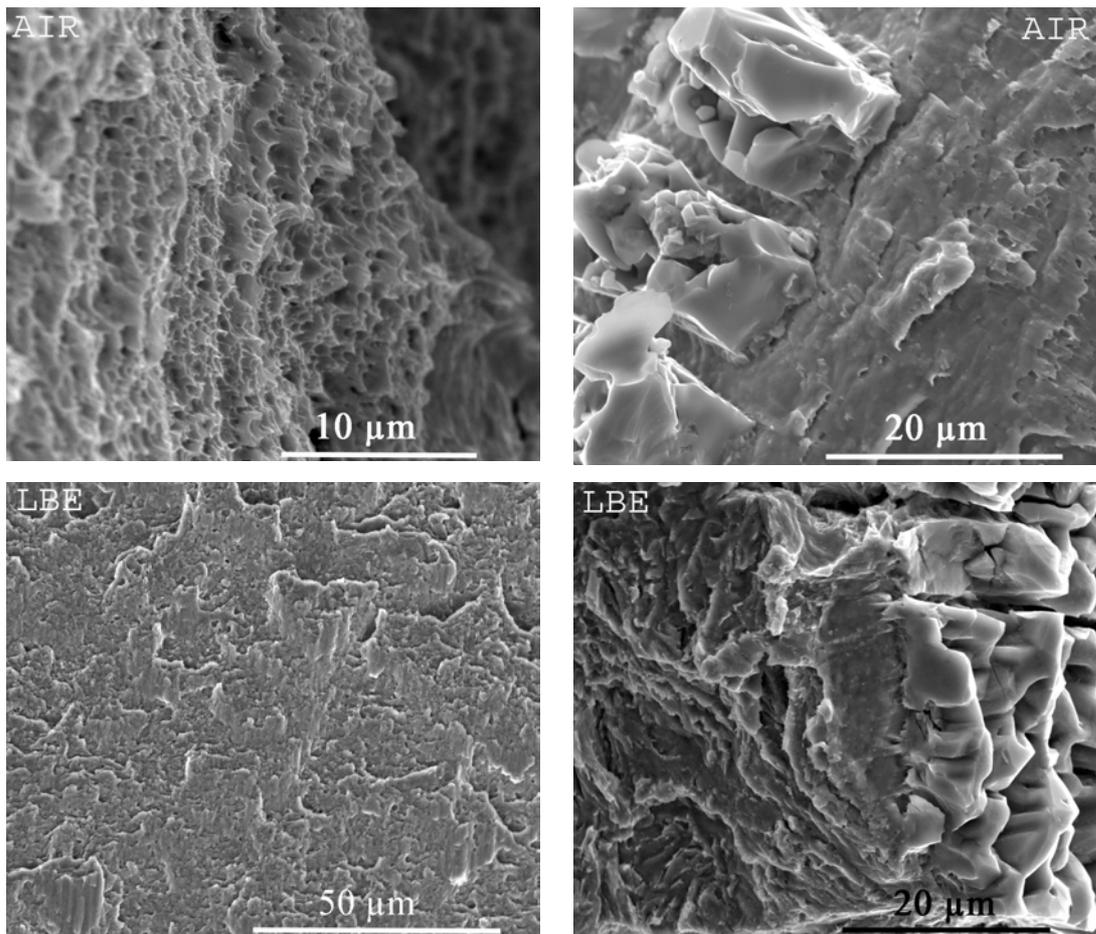


Figure 7 : T91 revêtu par FeAl : faciès de rupture à 300°C à l'air et en LBE : à gauche le substrat et à droite le dépôt

Nous remarquons une décohésion entre les dépôts Fe_2Al_5 et FeAl, et le substrat, conséquence probable de l'hétérogénéité structurale et chimique entre le dépôt et le substrat. Dans le cas du dépôt constitué de Fe_2Al_5 , elle est sans doute de plus liée à la dureté élevée de l'intermétallique Fe_2Al_5 (900 Hv_{100} avec présence de fissure au niveau des sommets de l'empreinte d'indentation) et donc à une grande différence d'aptitude à la déformation entre le revêtement et le substrat de T91.

A l'air, on observe une rupture ductile de l'acier T91. En LBE, la fragilité du dépôt n'affecte pas la ductilité de l'acier T91 dans le sens où nous n'avons pas observé de faciès de rupture fragile au niveau du T91. Cependant, on remarque à l'interface substrat/dépôt de FeAl (Figure 7), au niveau de l'acier T91, une forte zone cisailée lors des essais en LBE. De plus, à l'air comme en LBE, la fissure principale est circulaire. Cependant, pour les deux dépôts, en métal liquide, nous observons des fissures radiales plus développées (nombre et longueur) qu'à l'air (Figure 8). Le

faciès de rupture de ces fissures circulaires n'est pas fragile mais présente de fortes zones cisillées (Figure 9).

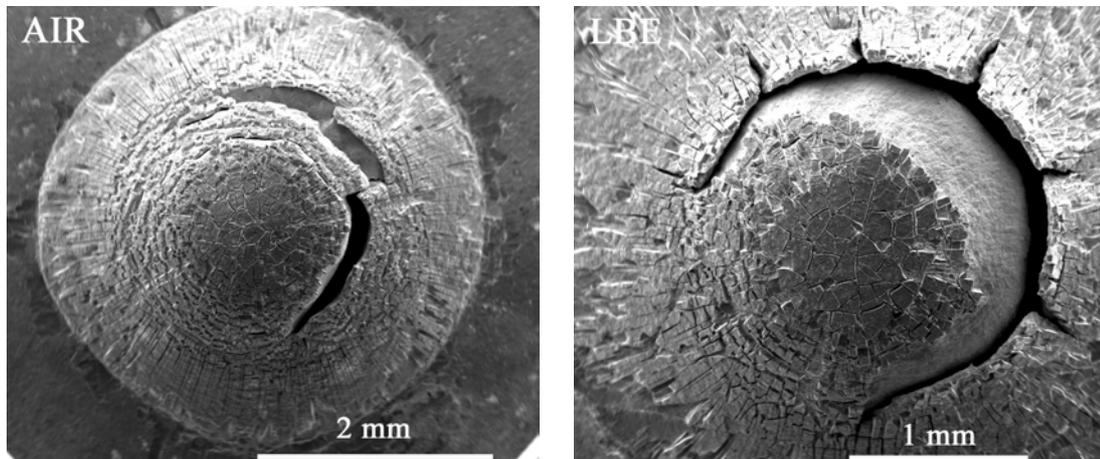


Figure 8 : T91 revêtu par Fe_2Al_5 : observation du dôme fissuré des échantillons testés à 300°C à l'air et en LBE

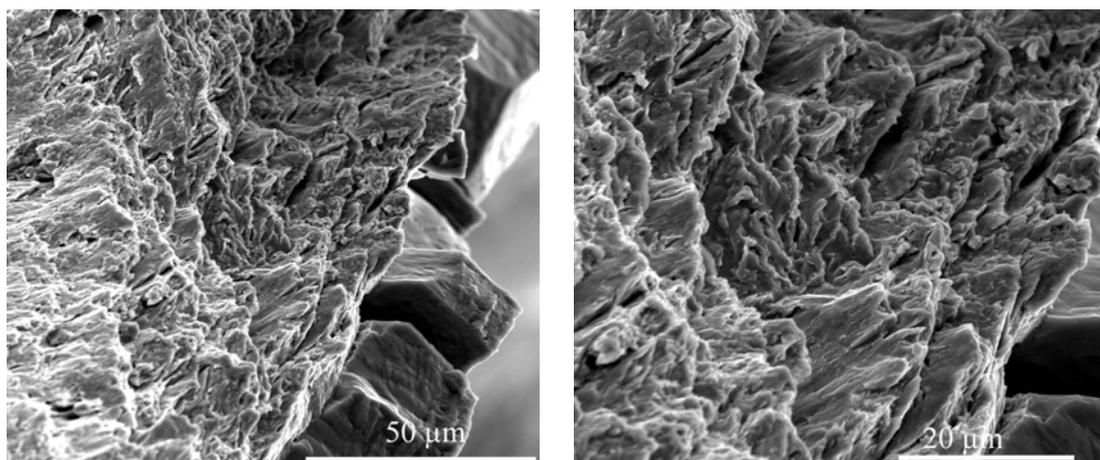


Figure 9 : T91 revêtu par Fe_2Al_5 : faciès de rupture au niveau des fissures radiales - à 300°C et en LBE

Pour comprendre le comportement de l'acier T91 revêtu, les résultats sont comparés avec ceux obtenus pour l'acier T91 dans son état métallurgique normalisé¹. Les valeurs caractéristiques que l'on déduit des courbes effort-déplacement des essais de SPT² sont confrontées (Tableaux 4 et 5) : l'énergie à rupture J_f , le déplacement maximum i.e. à rupture de l'éprouvette, d_f , l'énergie pour atteindre la force maximale J_m . le déplacement à la force maximale, d_m . J_f et d_f rendent compte de

¹ Austénitisation à 1050°C pendant une heure, puis un revenu à 750°C pendant une heure, noté T91 TR750

² Ces valeurs sont explicitées dans le chapitre précédent

l'énergie et du déplacement à rupture tandis que J_m et d_m rendent compte essentiellement de la capacité du matériau à se déformer plastiquement. Pour s'affranchir de l'épaisseur, ces valeurs sont normalisées en les divisant par l'épaisseur de l'échantillon (e). Le terme e_d représente l'épaisseur du dépôt : respectivement 50 μm et 7 μm pour les dépôts Fe_2Al_5 et FeAl .

<i>conditions</i>	Air		LBE	
	<i>Matériau</i>	T91 + Fe_2Al_5	T91-TR750	T91 + Fe_2Al_5
J_f / e (Jmm^{-1})	3.29 \pm 0.22	3.01 \pm 0.36	3.53 \pm 0.31	1.77 \pm 0.14
$J_f / (e - e_d)$ (Jmm^{-1})		3.30 \pm 0.42		1.93 \pm 0.16
J_m / e (Jmm^{-1})	2.99 \pm 0.19	2.73 \pm 0.36	3.22 \pm 0.35	1.51 \pm 0.21
$J_m / (e - e_d)$ (Jmm^{-1})		2.99 \pm 0.42		1.65 \pm 0.16
d_f / e	3.32 \pm 0.16	2.93 \pm 0.41	3.26 \pm 0.26	2.09 \pm 0.2
d_m / e	3.12 \pm 0.14	2.76 \pm 0.41	3.06 \pm 0.28	1.92 \pm 0.23

Tableau 4 : comparaison entre les résultats SPT, à l'air et en LBE à 300°C, de l'acier T91 TR750 et l'acier T91 revêtu par un dépôt de Fe_2Al_5

<i>conditions</i>	Air		LBE	
	<i>Matériau</i>	T91 + FeAl	T91-TR750	T91 + FeAl
J_f / e (Jmm^{-1})	3.29 \pm 0.22	3.66 \pm 0.09	3.53 \pm 0.31	2.55 \pm 0.05
$J_f / (e - e_d)$ (Jmm^{-1})		3.70 \pm 0.09		2.58 \pm 0.05
J_m / e (Jmm^{-1})	2.99 \pm 0.19	3.25 \pm 0.06	3.22 \pm 0.35	2.30 \pm 0.06
$J_m / (e - e_d)$ (Jmm^{-1})		3.29 \pm 0.07		2.33 \pm 0.06
d_f / e	3.32 \pm 0.16	3.32 \pm 0.07	3.26 \pm 0.26	2.79 \pm 0.07
d_m / e	3.12 \pm 0.14	3.10 \pm 0.12	3.06 \pm 0.28	2.59 \pm 0.04

Tableau 5 : comparaison entre les résultats SPT, à l'air et en LBE à 300°C, de l'acier T91 TR750 et l'acier T91 revêtu par un dépôt de FeAl

En termes d'énergie nécessaire à la rupture et énergie plastique, nous observons, à l'air, un comportement similaire de l'acier T91 et de l'acier T91 revêtu, cela en considérant que les dépôts sont fragiles et que donc le dépôt sur la partie supérieure

de l'échantillon ne participe ni à la tenue du matériau, ni à la déformation plastique. Dans le cas de l'acier T91 revêtu Fe_2Al_5 , les valeurs plus faibles des déplacements d_f et d_m peuvent s'expliquer par la relative importance de l'épaisseur du dépôt fragile par rapport à celle des échantillons (entre 1/5 et 1/6).

En LBE, on constate une forte chute de la tenue mécanique de l'acier revêtu qui ne peut pas s'expliquer seulement par le caractère fragile du dépôt puisque la normalisation des énergies par l'épaisseur soustraite de celle du dépôt ($e - e_d$) permet de prendre en compte la fragilité du dépôt. Ainsi, le comportement du T91 est influencé par la présence du métal liquide, ceci en présence d'un revêtement de FeAl ou Fe_2Al_5 .

Des essais ont été effectués à 300°C en LBE sur des éprouvettes de T91 revêtu, dont on a enlevé le dépôt afin de vérifier que le T91, qui a subi le traitement thermique d'obtention des dépôts sans post-traitement thermique n'est pas sensible à la présence de LBE. Nous trouvons des résultats similaires à ceux obtenus dans les mêmes conditions avec le T91 TR750. Ainsi, comme supposé, le traitement thermique induit par l'élaboration du dépôt n'a aucune influence sur le comportement du substrat en contact avec le métal liquide. C'est donc bien l'effet conjugué de la présence de métal liquide et du dépôt à base d'aluminium et fer qui entraîne une modification du comportement du substrat.

Formation d'une couche de céramique

Deux types de dépôts présentant en surface une couche céramique ont été étudiés :

- un dépôt de carbure,
- un dépôt de borure.

Les dépôts de carbures : Cr_{23}C_6

Les deux dépôts obtenus sont formés d'une couche externe de carbure de chrome (Cr_{23}C_6) et d'une couche interne de solution solide Fe-Cr contenant environ 20 % de Cr massique en moyenne (Figure 10).

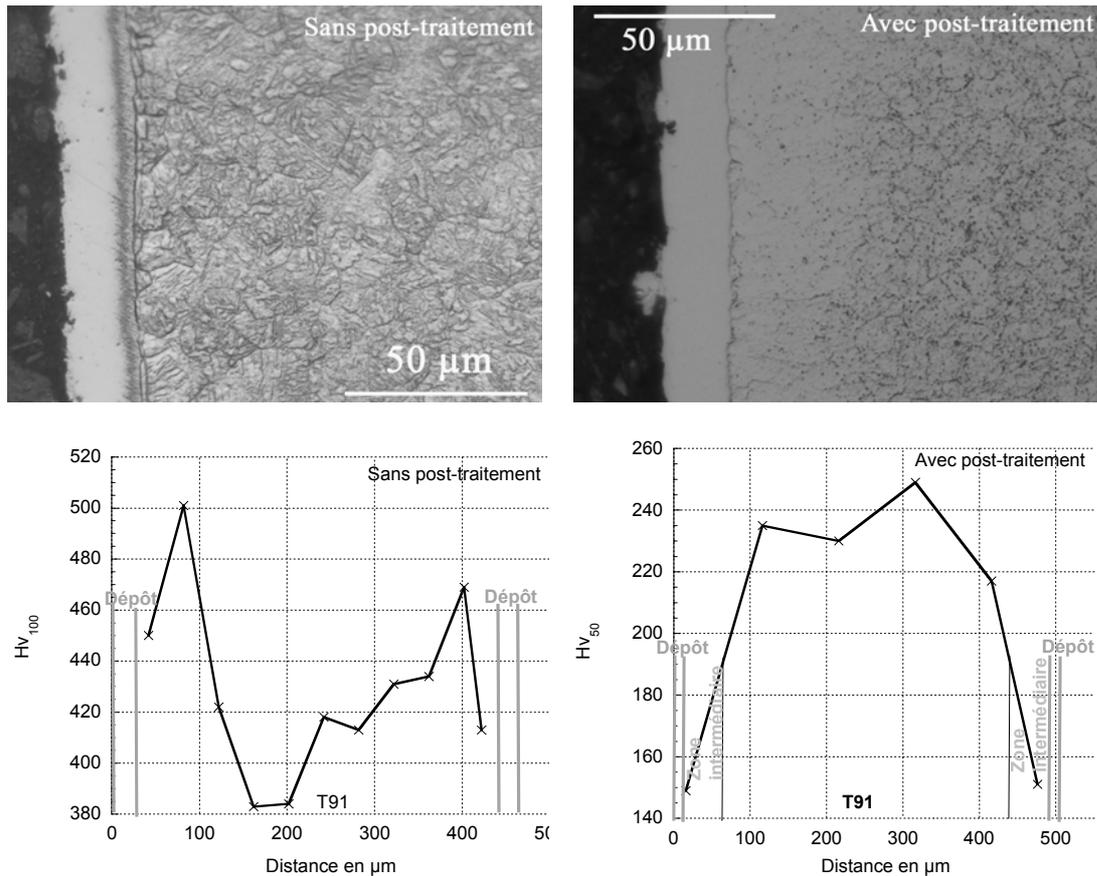


Figure 10 : microstructures et profils de micro dureté de l'acier T91 chromé à 980°C durant 1 h, sans et avec post traitement

L'acier revêtu sans post traitement présente une micro-dureté (Hv_{50}) moyenne d'environ 400 avec des pics à 500 en surface sous le dépôt. Ces valeurs sont liées à la modification de la microstructure du substrat lors du traitement de dépôt qui finalement correspond à une austénitisation suivie d'une trempe. Le post-traitement (austénitisation à 1050°C pendant une heure suivie d'un revenu à 750°C pendant une heure) appliqué à ce type d'échantillon permet d'abaisser la micro-dureté (Hv_{50}) du substrat qui passe de 400 à 240 et à 150 à proximité du dépôt.

D'après les courbes force-déplacement, enregistrées lors des essais de Small Punch Test, l'acier T91 revêtu par un dépôt de $Cr_{23}C_6$ + solution solide Fe-Cr (sans post-traitement) présente un comportement ductile à l'air et fragile en présence de LBE (Figure 11).

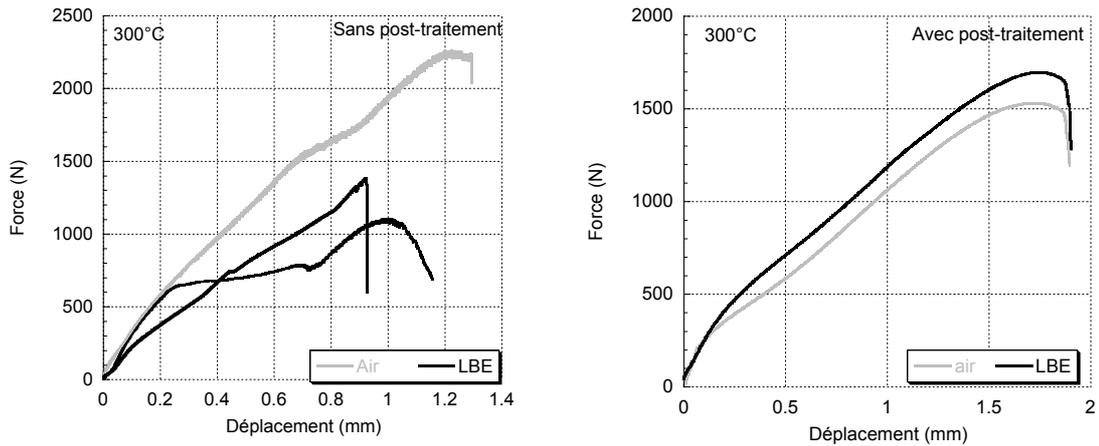


Figure 11 : courbes d'essais de Small Punch Test du T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr

Les faciès de rupture des échantillons testés à l'air présentent un caractère ductile au niveau du substrat et de la solution Fe-Cr et fragile au niveau de la couche externe du dépôt constituée de carbure de chrome. En métal liquide, l'ensemble du faciès de rupture présente un caractère fragile (Figure 12). La fragilisation du substrat s'explique par sa dureté élevée, celle de la couche interne du dépôt, constituée d'une solution Fe-Cr, a déjà été observée lors de l'étude d'un dépôt de T91 revêtu par un revêtement de solution Fe-Cr¹.

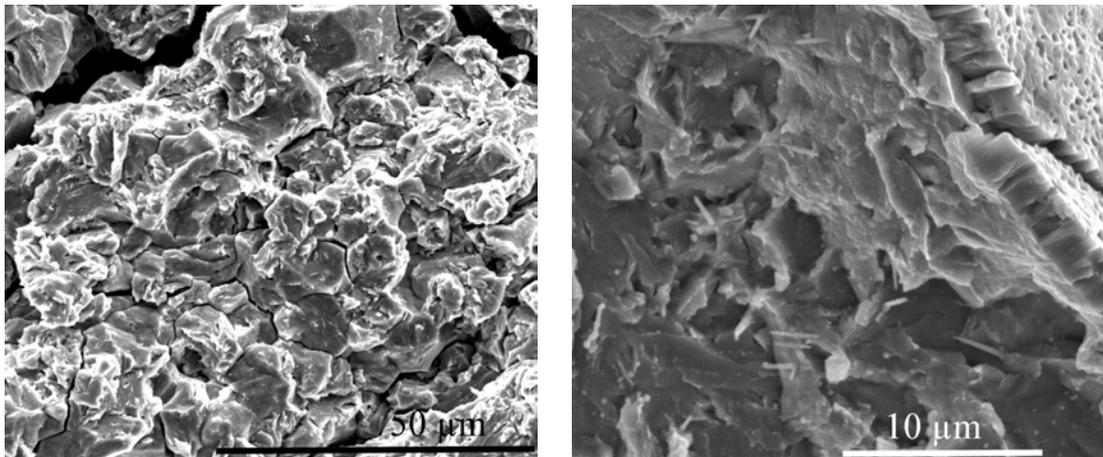


Figure 12 : T91 revêtu par Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr: faciès de rupture à 300°C et en LBE : à gauche au niveau du substrat, à droite au niveau du dépôt

L'acier T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 et solution solide Fe-Cr puis austénitisé une heure à 1050°C et revenu pendant une heure à 750°C présente un comportement

¹ Ces observations sont décrites au chapitre précédent.

ductile à l'air et dans le LBE, similaire à celui de l'acier T91 sans revêtement, dans l'état métallurgique standard (TR750)¹. L'analyse des faciès de rupture montre que la partie extérieure du dépôt c'est-à-dire le carbure de chrome est fragile (Figure 13). La rupture de la partie du dépôt constituée de la solution Fe-Cr et de l'acier T91 est ductile, soit par cisaillement, soit par formation de cupules. La fragilité de la couche de carbure n'affecte ni la ductilité de l'acier T91, ni celle de la solution solide, et donc le comportement ductile de l'échantillon. La ductilité de la solution Fe-Cr au regard des observations précédemment effectuées sur ce type de matériau, apparaît étonnante et est actuellement inexplicée.

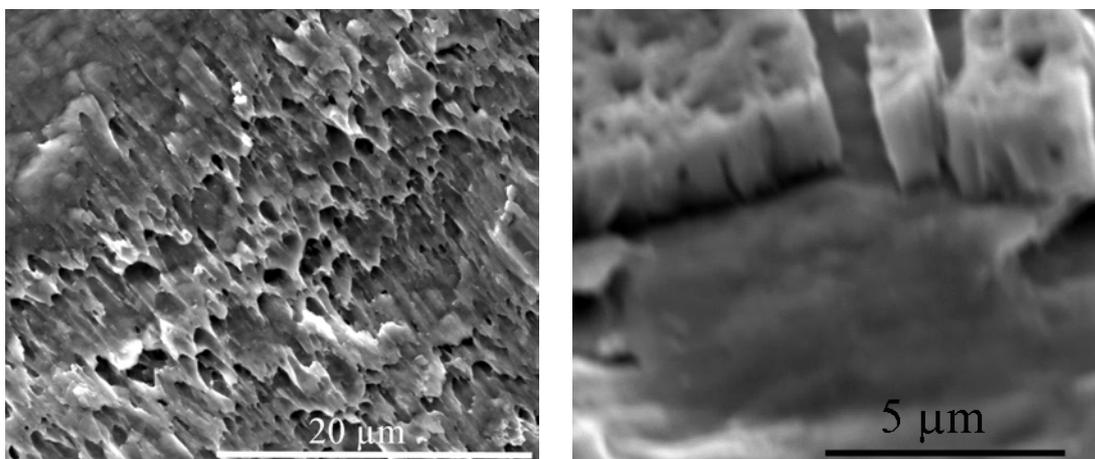


Figure 13 : T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr avec un post traitement : faciès de rupture à 300°C dans LBE : à gauche au niveau de l'acier T91 : rupture ductile, à droite au niveau de la partie extérieure du dépôt composée de Cr_{23}C_6 : rupture fragile

Ces essais montrent qu'il existe une transition ductile → fragile induite par l'alliage eutectique Plomb-Bismuth de l'acier T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 + solution solide Fe-Cr si l'on n'effectue pas de post traitement après la chromisation. Cette fragilisation est attribuée à l'état microstructural du T91 qui correspond à celui d'un acier trempé et donc à haute limite d'élasticité. Ce résultat met en évidence l'importance du traitement thermique (ou de l'histoire thermique) d'une pièce par rapport à sa sensibilité à la fragilisation par les métaux liquides.

L'acier T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 + solution solide puis austénitisation à 1050°C et revenu à 750°C n'est pas sensible à la présence de LBE et est ductile à l'air et dans le LBE. Dans ce cas, le caractère fragile du carbure de chrome n'a pas

¹Austénitisation à 1050°C pendant une heure, puis un revenu à 750°C pendant une heure, noté T91 TR750

d'influence sur le comportement de l'acier T91 et de la solution solide dans le LBE (pas de transfert du caractère fragile). La présence d'une zone intermédiaire de dureté faible pourrait expliquer qu'il n'y ait pas transfert de fragilité de la couche de carbure fragile à l'acier T91. Ce non transfert aurait peut être lieu dans le cas de l'acier T91 directement en contact avec la couche de carbure de chrome. La ductilité de la solution Fe-Cr en métal liquide pourrait être attribuée au post-traitement thermique qui a dû modifier son état métallurgique. La présence d'une couche fragile en surface, qui permet un contact entre le métal liquide et la couche interne du dépôt, ne provoque donc pas systématiquement une fragilisation de celui-ci en milieu liquide.

L'acier T91 revêtu par un dépôt de Cr_{23}C_6 + solution solide puis austénitisation à 1050°C et revenu à 750°C n'étant pas sensible à la FML, des essais de fatigue oligocyclique ont été menés afin d'étudier si la présence du revêtement à un effet bénéfique sur le développement et la propagation de fissures.

Revêtement de borures

Le matériau étudié est constitué d'acier T91 revêtu par un revêtement de bore obtenu par pack-cémentation à 950°C pendant 4 heures, puis austénitisé pendant 1 heure à 1050°C et revenu pendant une heure à 750°C . Le traitement thermique après dépôt permet non seulement l'obtention d'une structure martensitique de l'acier T91 d'une dureté ne provoquant pas une FML par l'eutectique Plomb-Bismuth, mais aussi une transformation du dépôt (Figure 14). Le dépôt est constitué d'une couche externe de type $(\text{Fe}_x\text{Cr}_y)_2\text{B}$ riche en Cr et d'une matrice Fe-Cr(5%) contenant du bore (0,2%) avec des «précipités» ayant la composition de la couche externe.

La micro-dureté de la couche duplex de borure est d'environ 340 Hv_{50} et celle du substrat est égale à $280 \pm 5 \text{ Hv}_{50}$. Cette dernière est légèrement supérieure à celle de l'acier T91 dans l'état métallurgique standard¹ (dureté Vickers de 250). La modification microstructurale et en terme de dureté de l'acier T91 semble due à une diffusion de bore au sein du substrat lors du traitement de revenu. En effet, lors du post-traitement thermique, le bore diffuse au cœur de l'acier et forme des borures avec le fer et le chrome. L'acier T91 est affecté à proximité du dépôt : formation de précipités de type $(\text{Fe}_x\text{Cr}_y)_2\text{B}$ riches en Cr. L'acier T91 est alors appauvri en Cr.

¹ Austénitisation à 1050°C pendant une heure, puis un revenu à 750°C pendant une heure, noté T91 TR750

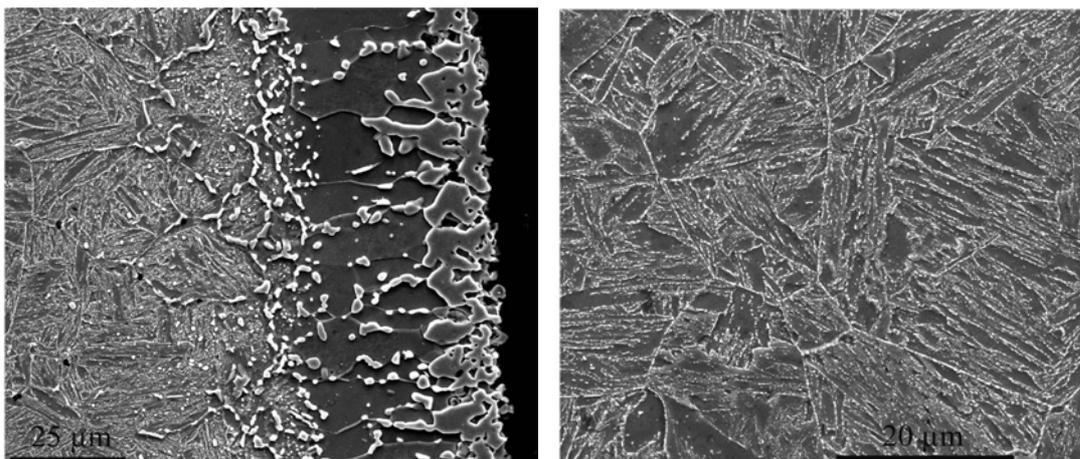


Figure 14 : microstructure de l'acier T91 boruré à 950°C durant 4h et traité thermiquement : à gauche : le dépôt, à droite : le substrat

Les résultats des essais de SPT montrent que l'acier T91 revêtu a un comportement macroscopique ductile à 300°C, tant à l'air que dans le LBE (Figure 15).

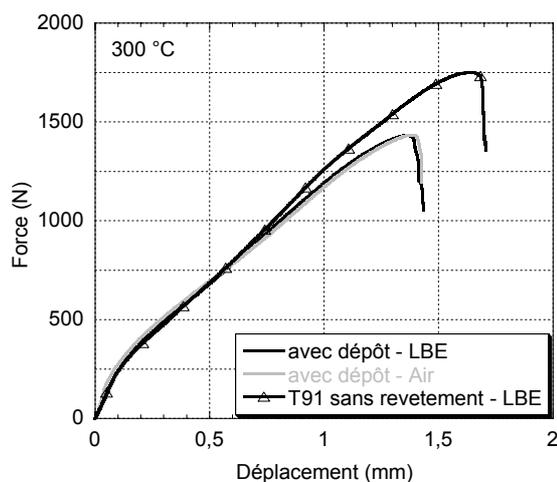


Figure 15 : courbes effort-déplacement obtenues lors des essais de SPT de l'acier T91 boruré à 950°C durant 4h et traité thermiquement

L'analyse des faciès de rupture met en évidence une rupture ductile du substrat T91 tant à l'air que dans l'eutectique Plomb-Bismuth. Cependant, la rupture du dépôt est très majoritairement fragile (Figure 16). Cependant, le caractère fragile du dépôt, notamment en métal liquide, ne semble pas avoir d'influence sur le comportement de l'acier T91.

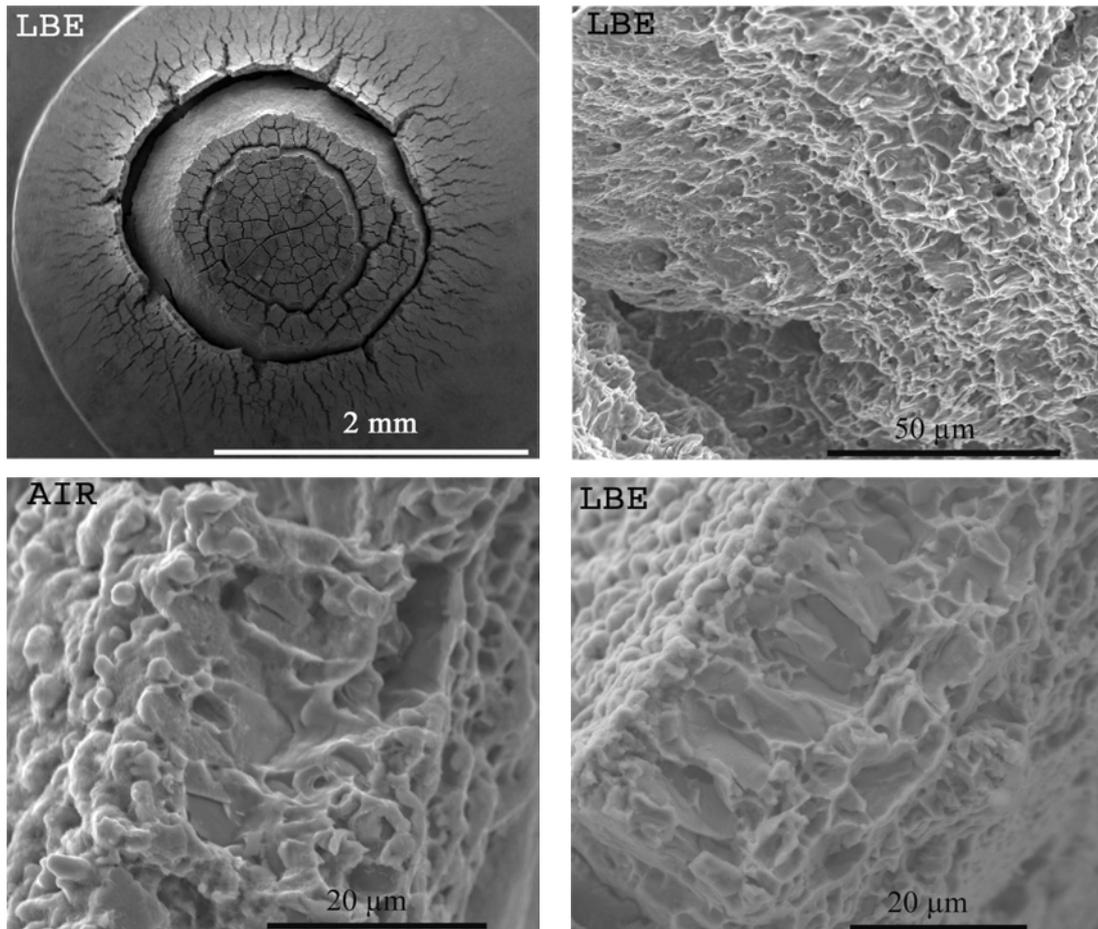


Figure 16 : T91 boruré à 950°C durant 4h et traité thermiquement : faciès de rupture à 300°C à l'air et en LBE

Le revêtement de bore et/ou la modification au niveau de l'acier T91 diminue la résistance mécanique de l'acier T91 revêtu par rapport à celle de l'acier T91 TR750 (Tableau 6). En revanche, ni l'enrichissement du T91 en bore avec la formation de zones riches en bore, ni le caractère fragile du dépôt ne provoquent de rupture fragile et prématurée du T91 en LBE.

<i>conditions</i>	Air		LBE	
<i>Matériau</i>	T91-TR750	T91 boruré	T91-TR750	T91 boruré
$J_f / e \text{ (Jmm}^{-1}\text{)}$	3.29 ± 0.22	2.45	3.53 ± 0.31	2.36
$J_f / (e - e_d) \text{ (Jmm}^{-1}\text{)}$		2.66		2.55
$J_m / e \text{ (Jmm}^{-1}\text{)}$	2.99 ± 0.19	2.29	3.22 ± 0.35	2.26
$J_m / (e - e_d) \text{ (Jmm}^{-1}\text{)}$		2.49		2.45
d_f / e	3.32 ± 0.16	2.80	3.26 ± 0.26	2.72
d_m / e	3.12 ± 0.14	2.71	3.06 ± 0.28	2.58

Tableau 6 : comparaison entre les résultats SPT, à l'air et en LBE à 300°C, de l'acier T91 TR750 et l'acier T91 boruré à 950°C durant 4h et traité thermiquement

Discussion

Les dépôts ont très peu d'influence sur la tenue de l'acier T91 à l'air alors que pour la plupart, ils sont fragiles. Les dépôts fragiles se fissurent sans contribuer à la résistance mécanique du matériau. Seul le dépôt à base de bore dont l'élaboration a entraîné une modification du substrat provoque une diminution de la ductilité et de la résistance mécanique du matériau. Celle-ci est attribuée à la présence de précipités de bore.

En présence de LBE, le caractère fragile du revêtement n'implique ni une fragilité du substrat, ni un effet du métal liquide sur le comportement mécanique de l'acier. De même l'épaisseur du revêtement fragile ne semble pas être un critère. En effet, nous avons observé une influence du métal liquide pour l'acier T91 revêtu par un dépôt fragile de 7 µm de FeAl, mais pas dans le cas du T91 boruré comportant un revêtement de 40 µm d'épaisseur, fragile sur une épaisseur supérieure à 10 µm. Cependant, on remarque qu'un effet du métal liquide est observé dans le cas où l'on observe une décohésion entre le substrat et le dépôt (FeAl, Fe₂Al₅). Cette décohésion observée à l'air comme en présence de LBE pourrait venir de la différence de dureté entre substrat ou dépôt ou d'une fragilité de l'interface. La fragilité de l'interface en métal liquide doit amener au cours de l'essai de très larges zones d'acier T91 non oxydé en contact avec le métal liquide. L'étude menée avec T. Auger a montré que, dans ce cas, pour lequel l'acier T91 est directement en contact avec le métal liquide, la présence de LBE a une influence sur le comportement mécanique de

l'acier (Tableau 1). Ainsi plus que le comportement du revêtement, c'est la tenue de l'interface substrat/revêtement c'est-à-dire la capacité de l'acier T91 de ne pas être en contact avec le métal liquide qui semblerait le critère prépondérant.

Références

- [Aug08] Auger T., Serre I., Lorang G., Hamouche Z., Gorse D., Vogt J-B., Role of oxidation on LME of T91 steel studied by Small Punch Test, *Journal of Nuclear Materials* 376, 336-340, 2008
- [Aug05] Auger T., Lorang G., Liquid metal embrittlement susceptibility of T91 steel by lead-bismuth, *Scripta Materialia* 52, 1323-1328, 2005
- [Dai06] Dai Y., Long B., Groeschel F., Slow strain rate tensile tests on T91 in static lead-bismuth eutectic, *Journal of Nuclear Materials* 356, 222-228, 2006
- [Dio08] Diop I., Contribution à l'étude de la résistance chimique et mécanique des matériaux métalliques (acier T91 9%Cr1%Mo) en environnements complexes dans les réacteurs nucléaires, Thèse de doctorat de l'université Henri Poincaré, Nancy 1, 2008
- [Leg00] Legris A., Nicaise G., Vogt J-B., Foct J., Gorse D., Vançon D., Embrittlement of a martensitic steel by liquid lead, *Scripta Materialia* 43, 997-1001, 2000
- [Nic01] Nicaise G., Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2001
- [Ser07] Serre I., Vogt J-B., Liquid Metal Embrittlement of the T91 martensitic steel evidenced by the Small Punch Test, *Nuclear Engineering and Design* 237 (7), 677-685, 2007
- [Ver05] Verleene A., Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2005

**Apport des analyses de surface
à la compréhension des
phénomènes de plasticité
assistée par métal liquide**

Introduction

La présence de métal liquide a , dans certains cas, une influence sur les mécanismes de plasticité [Lyn88, Ver05], sans pour autant que l'influence du métal liquide soit totalement comprise et prévisible.

Au LMPGM, A. Verleene [Ver05] a étudié le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier marstensitique T91 à 300°C à l'air et en présence de l'eutectique Pb-Bi (LBE). Macroscopiquement au MEB ou au microscope optique, une localisation de la déformation plastique est observable pour les éprouvettes testées en LBE. On note, au niveau des fissures, que, dans le cas des essais menés en LBE, la plasticité se concentre dans des bandes orientées à environ 45° de l'axe de sollicitation (Figure 1). Cette localisation n'est pas aussi marquée à l'air.

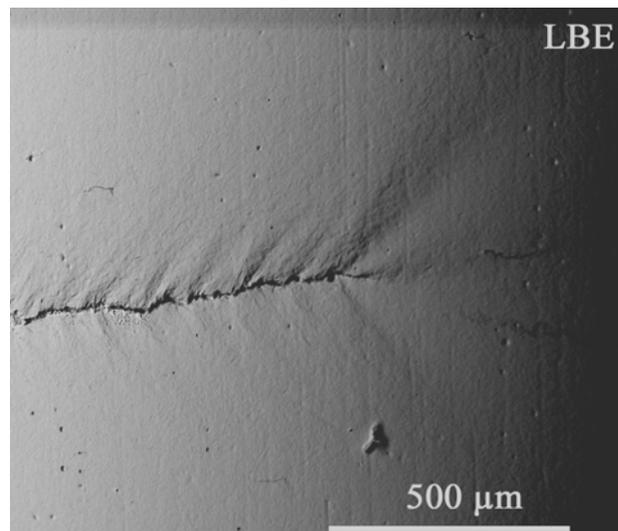


Figure 1 : zone plastique en bord de fissure observée après essai de LCF¹ en LBE à 300°C ($\Delta\epsilon_t=0.36\%$) [Ver05]

Cette localisation nous amène à expliquer les phénomènes ayant lieu en présence de LBE par le mécanisme de Lynch (émission des dislocations facilitée par la présence du métal liquide) [Lyn88]. Cependant, les différentes orientations des fissures et leur nombre ne permettent pas d'être affirmatif sur les mécanismes mis en jeu.

Les essais de fatigue-propagation en Plomb-Bismuth liquide avec des éprouvettes de flexion 4 points pré-fissurées ont été menés [Ver05]. Une fissure unique est présente au niveau de l'éprouvette, pouvant nous donner ainsi plus d'indications. La vitesse

¹ LCF : Low Cycle Fatigue pour fatigue oligocyclique.

de propagation dans l'acier martensitique T91 est plus importante en présence de l'eutectique Plomb-Bismuth qu'à l'air (300°C). L'observation au microscope électronique à balayage des fissures montre (Figure 2) une différence au niveau du fond de fissure : émoussé à l'air et pointu en présence de LBE.

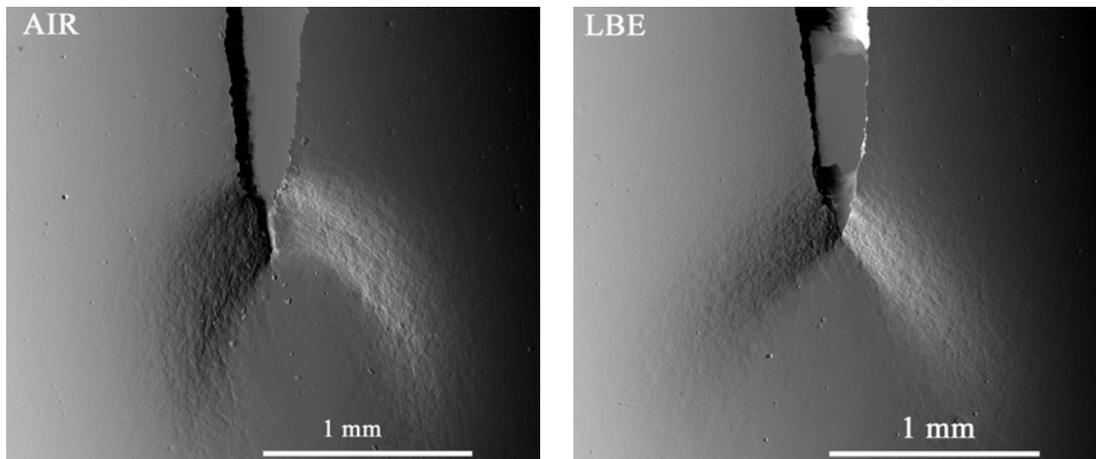


Figure 2 : images MEB obtenues en électrons rétro diffusés (mode topographique) de la zone plastique au niveau du fond de fissure : à gauche, à l'air et à droite en présence de LBE [Ver05]

De plus, les images obtenues avec les électrons rétro diffusés (en mode topographique) permettent l'observation de la rugosité créée par la déformation plastique en avant de la fissure. Dans le cas d'essais en LBE, la zone plastique semble relativement rectiligne et orientée à 45° par rapport à la direction de propagation de la fissure. A l'air, la zone plastique apparaît plus circulaire.

Ces observations de surface tendent à accréditer le fait qu'en présence de métal liquide, l'émission de dislocations est facilitée au niveau du fond de fissure, provoquant une localisation de la déformation et, ainsi, une propagation des fissures plus aisée. A l'air, l'activité des dislocations en avant du fond de fissure provoque alors l'émoussement de celle-ci et donc une propagation de la fissure moins rapide.

Cependant les analyses effectuées sont trop macroscopiques pour décrire réellement les phénomènes ayant lieu en pointe de fissure. Des analyses au MET d'échantillons prélevés (par FIB¹) au niveau de la pointe de fissure pourraient nous permettre d'étudier la déformation à partir de l'analyse des arrangements des dislocations. Cependant le prélèvement des échantillons semble très délicat. Cette technique, destructive, amènerait à l'observation d'un grand nombre d'échantillons et donc d'éprouvettes avant d'obtenir des données représentatives. Les techniques d'analyse

¹ FIB : Focused Ion Beam

de surface semblent être plus appropriées. L'utilisation du MEB, en mode électrons secondaires ou électrons rétro diffusés ne permet d'obtenir ni une résolution suffisante (sauf à utiliser un MEB-FEG¹), ni une quantification de la déformation plastique. Il s'avère ainsi trop macroscopique. La technique de l'EBSD permet d'obtenir une quantification de la déformation plastique par l'étude des désorientations de réseau cristallin. La méthode MEB-ECCI (Electron Channelling Contrast Imaging), permet, en se plaçant dans les conditions de diffraction de Bragg, d'imager les arrangements de dislocations à partir des électrons rétrodiffusés [Ahm99]. Cette technique délicate et très peu développée mène à des analyses relativement locales (travail effectué grain par grain) mais qui peuvent être réalisées pour de larges surfaces. Une des limites des techniques, utilisant la microscopie électronique à balayage, est le relief en surface, la réémission des électrons en dépendant.

La microscopie à force atomique couplée à des analyses EBSD apparaît comme un outil adapté. En effet, elle permet d'étudier et quantifier localement la déformation plastique en surface sans pour autant être destructive. L'idée est de générer une sollicitation mécanique permettant une localisation de la déformation et des contraintes au niveau d'une zone de l'éprouvette. La déformation plastique pourra être alors comparée après une sollicitation à l'air et en métal liquide. Pour s'affranchir de l'influence de la microstructure (taille des grains, orientation cristallographique des grains), des analyses EBSD de la zone de l'éprouvette étudiée seront effectuées avant essai. De plus, nous avons envisagé l'utilisation de monocristaux qui permettront d'étudier plus finement l'influence du métal liquide sur l'activation de plan de glissement selon une direction.

Je présenterai tout d'abord le couple de matériaux retenu pour cette étude, puis le protocole expérimental mis en œuvre. Seront ensuite discutés les premiers résultats des analyses de surface effectuées.

Matériau étudié : l'acier 316L en contact avec le gallium liquide

Le couple de matériaux choisi est l'acier austénitique 316L et pour le métal liquide, le gallium. L'acier 316L a été choisi pour sa faible susceptibilité à la fragilisation par les métaux liquides, cependant que son comportement et notamment la plasticité

¹ MEB-FEG : MEB équipé d'un canon à émission de champ

peut être influencé par la présence de métal liquide [Kol04]. De plus, pour un acier austénitique, le relief créé en surface suite à une déformation plastique est plus facilement interprétable que celui d'un acier martensitique tel l'acier T91. Enfin, par une collaboration avec le Prof. Y. Chumlyakov du Siberian Physical-Technical Institute de l'université de Tomsk, il nous a été possible d'obtenir des monocristaux d'acier 316L. Nous avons choisi d'effectuer les essais avec du gallium liquide en raison du bas point de fusion de ce métal (29°C). En effet, une des difficultés des analyses de surface vient de la contamination de la surface par le métal liquide, mais aussi de l'oxydation du matériau. Afin de limiter l'oxydation, nous avons voulu nous placer à des températures les plus basses possible et donc utiliser un métal à bas point de fusion : mercure, gallium. Par rapport au mercure, le gallium présente l'avantage d'être aussi utilisable à chaud et donc de permettre dans un second temps des essais en température.

Il y a peu d'articles concernant l'effet du gallium liquide sur la plasticité de l'acier austénitique 316L. Pour étudier la possibilité d'un effet du gallium liquide sur le comportement mécanique d'un acier austénitique, des essais de ténacité et des essais de fatigue-propagation sur des éprouvettes CT d'acier austénitique 316L à l'air et dans le gallium ont été effectués [Kol04]. Des difficultés ont été rencontrées pour obtenir un bon mouillage du fond de l'entaille par le gallium et donc un contact entre l'acier 316L et le gallium. Tremper simplement l'éprouvette dans un bain de gallium n'assure pas un bon mouillage. C'est pourquoi, un scalpel est utilisé pour enlever la couche d'oxyde natif de l'acier 316L, notamment dans des zones proches du fond de fissure. Cette préparation est effectuée à plus de 30°C afin que le gallium soit entièrement sous forme liquide.

Pour l'acier 316L, la durée de vie en fatigue est diminuée d'un facteur 2 dans le gallium par rapport à celle obtenue à l'air. La vitesse de fissuration en fatigue est multipliée par 3 en présence de gallium. De plus, des fissures intergranulaires et transgranulaires sont observées en présence de gallium, tandis qu'à l'air des fissures transgranulaires sont seulement présentes. Une réduction de la ténacité de l'acier en présence du gallium est constatée. La résistance à l'amorçage de fissure de l'acier 316L est réduite de 15% en présence de gallium par rapport à l'air.

Essais de flexion 4 points sur éprouvettes miniatures entaillées

Essai et protocole expérimental

Pour étudier finement l'influence du métal liquide sur la plasticité, il est nécessaire : de localiser la déformation sur une zone définie, d'utiliser des éprouvettes plates permettant des analyses AFM plus aisées, de permettre au niveau de la zone d'étude un contact entre le matériau et le métal liquide. L'utilisation d'éprouvettes entaillées doit permettre la localisation de la déformation plastique. L'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée a semblé approprié à notre étude. L'entaille, sur la face supérieure, permet à la fois de localiser la déformation mais aussi sert en quelque sorte de réservoir de métal liquide. De plus, en flexion 4 points, entre les deux appuis centraux, le moment fléchissant est constant et l'effort tranchant est nul.

Notre objectif est d'étudier l'influence du métal liquide sur les mécanismes de plasticité et donc dans notre cas, les phénomènes en pointe d'entaille, sur des zones très petites. Ainsi, l'utilisation d'éprouvettes miniature avec une entaille très fine semble appropriée. De plus, la perspective d'essais avec des monocristaux, dont nous avons une quantité limitée, a confirmé l'orientation vers des essais miniature.

Il existe une dimension minimale requise pour un échantillon, notamment lors d'essais de fatigue propagation. Sokolov [Sok01] utilise pour des essais de fatigue-propagation des éprouvettes entaillées de 7,9 mm de longueur, 2 mm de largeur et 0,8 mm d'épaisseur. Il a montré que la dimension de l'échantillon peut être réduite tout en obtenant des informations correctes et comparables à celles obtenues avec les échantillons de taille plus importante. Dans notre étude, nous travaillons sous sollicitation monotone. La dimension des éprouvettes a été calculée à partir des dimensions normalisées des éprouvettes SENB4, employées pour mesurer la ténacité par la mécanique de la rupture. Trois dimensions ont été définies (Tableau 1). Dans un premier temps, par commodité et pour des éprouvettes de polycristaux, les éprouvettes de 20 mm de longueur ont été utilisées.

Dimensions en mm		Ech 1	Ech 2	Ech 3	[Sok01]
Longueur (Lt)		20	10	7.9	7.9
Largeur (W)		3.5	2	2	2
Epaisseur (B)		2	1	0.8	0.8
Entaille	Longueur (a)	0.5	0.3	0.3	0.3
	Largeur (e)	0.2	0.13	0.13	0.13

Tableau 1 : dimensions, en millimètre, des différentes éprouvettes de flexion 4 points

L'entaille est obtenue par tronçonnage en utilisant une meule diamantée. La largeur de l'entaille est de 155 μm environ. Le rayon de courbure du fond de l'entaille est évalué par MEB à 60 μm .

Les essais de flexion quatre points ont été réalisés sur une machine de traction (pilotage en déplacement) à l'air et en présence de gallium liquide. La vitesse de déplacement de la traverse permettant l'application de la charge est constante ; elle est de 0.010 mm/min. Pour être sûr que le gallium reste liquide durant l'essai mécanique, la température de l'essai a été fixée à 35 °C. Le dispositif est chauffé à l'aide d'un collier chauffant ; un thermocouple placé sur l'éprouvette permet un contrôle de la température.

Avant essai, les surfaces latérales de l'éprouvette sont polies miroir afin d'obtenir un état de référence quant à la topographie de surface. Une des difficultés rencontrées est l'obtention d'un bon contact entre le gallium et l'acier. Il a nécessité de plonger l'éprouvette quasiment entièrement (coté entaille) dans un bain de gallium à au moins à 35°C. Après l'essai de flexion, la couche de gallium restant sur la surface de l'éprouvette doit être enlevée pour la réalisation des observations au MEB et AFM, sans pour autant dégrader la surface (dissolution ou formation d'une couche d'oxyde). Une solution composée de 60% d'acide nitrique (HNO_3), 5% d'acide sulfurique (H_2SO_4) et 35% d'eau (H_2O) est utilisée. L'éprouvette en 316L est plongée dans la solution pendant 30 s en moyenne.

Résultats des essais de flexion

Les premiers essais, qui ont été menés sur de l'acier 316L polycristallin¹ montrent un effet du gallium sur la tenue de l'acier 316L (Figure 3).

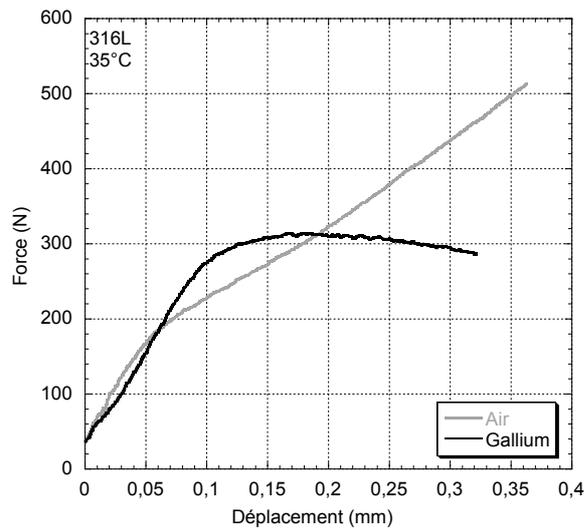


Figure 3 : évolution de l'effort suivant le déplacement de la traverse : acier 316L testé à 35°C à l'air et en présence de gallium liquide

A l'air, le domaine non linéaire avant la fissuration est large en déplacement et en effort. En gallium liquide, ce domaine est réduit. L'effort maximal en présence de gallium liquide est plus de deux fois moins important que celui à l'air. Il faut donc moins d'effort pour fissurer l'éprouvette en présence de gallium. Cependant, nous constatons que la rupture de l'éprouvette en présence de gallium n'est pas une rupture brutale, de type fragile. La vitesse de propagation de la fissure n'est donc pas importante. Nous n'avons donc pas observé de Fragilisation par les Métaux Liquides de l'acier 316L par le gallium. On note que la limite entre le domaine linéaire et non linéaire est plus élevée en présence de gallium. La présence de métal liquide n'ayant pas d'influence sur le domaine élastique [Sto82, Fer94, Nic01], on peut expliquer cette influence par la présence au niveau de l'entaille d'une zone de déformation plastique localisée, qui se forme plus rapidement dans le cas d'essais en milieu gallium.

Pour étudier plus finement l'influence du gallium liquide sur la plasticité de l'acier 316L, nous avons effectué des essais, à l'air et en gallium liquide, à charge identique

¹ Austénitisation à 1050°C pendant 45 minutes puis trempe à l'eau.

(Figure 4), pour deux éprouvettes de géométrie identique (entailles faites simultanément pour les deux éprouvettes).

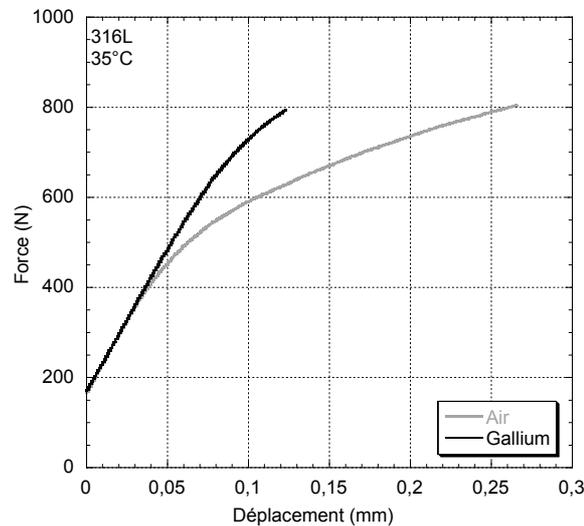


Figure 4 : évolution de l'effort suivant le déplacement de la traverse : acier 316L testé à 35 °C à l'air et en présence de gallium liquide

A l'air, la flèche de l'éprouvette est plus importante (10 fois environ) par rapport à celle obtenue lors de l'essai en milieu gallium. La déformation plastique globale de l'éprouvette est donc plus importante à l'air. Cependant, localement, le gallium semble favoriser la déformation plastique. Les observations de surface au niveau du fond de l'entaille ont permis de vérifier cette hypothèse.

Analyse des surfaces et discussion

Pour analyser et quantifier plus finement la déformation plastique des éprouvettes après sollicitation (effort maximal identique à l'air et en présence de gallium), nous avons utilisé trois techniques d'observation : par microscopie électronique à balayage, par microscopie à force atomique et par profilométrie optique. Cette dernière technique permet d'observer une topographie de surface avec une résolution de l'ordre du nanomètre, alors que la résolution latérale est supérieure à 500 nm. Ainsi, par rapport à l'AFM, cette technique permet d'analyser des surfaces plus importantes tout en ayant des données quantitatives fines sur la topographie. Le Tableau 2 récapitule les observations effectuées.

	air	gallium
<i>Localisation de la déformation plastique en fond d'entaille</i>	Tout autour du fond de l'entaille	Au niveau des congés
<i>Grains avec bandes de glissement</i>	Un grand nombre	Très peu
<i>Deuxième système de glissement</i>		oui
<i>Déformation entre grains</i>	oui	Plus importante en proportion
<i>Micro-fissure</i>		En fond d'entaille

Tableau 2 : observations en surface après les essais à l'air et en gallium

A l'air, la déformation plastique est répartie tout autour du fond de l'entaille, tandis qu'en présence de gallium, elle est plus localisée au niveau du bord de l'entaille (Figures 5 et 6).

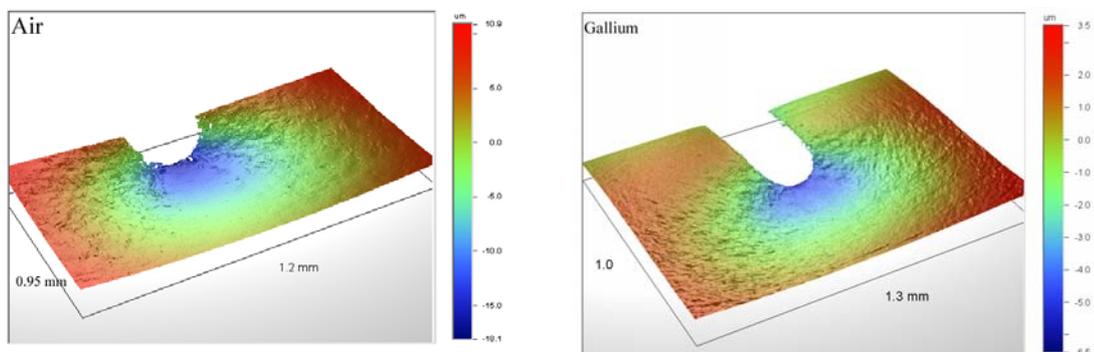


Figure 5 : cartographies obtenues en profilométrie optique du fond de l'entaille

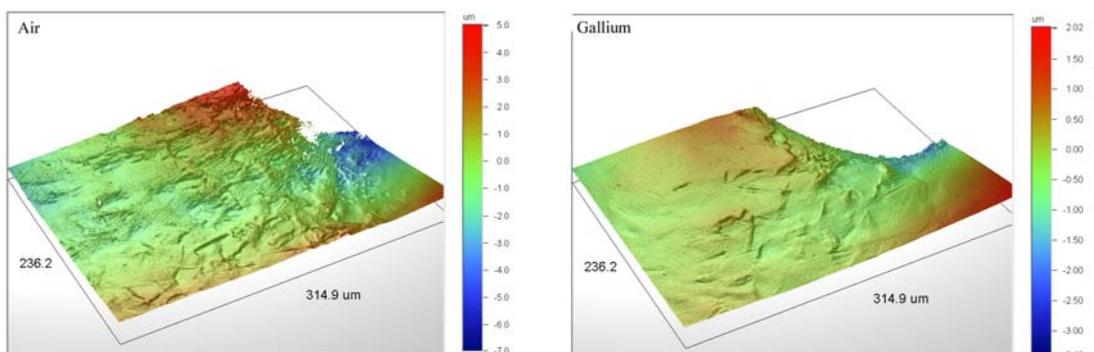


Figure 6 : cartographies obtenues en profilométrie optique des bords du fond de l'entaille

Au niveau des grains, la taille des bandes de glissement est fonction de l'environnement. A l'air, les bandes de glissement sont plus larges et plus hautes. Ainsi, dans un grain, il y a peu de bandes de glissement. Cependant, un nombre important de grains contient des bandes de glissement et ils se situent sur toute la zone du fond d'entaille. En présence de gallium, la taille (hauteur et espacement) des bandes de glissement est plus faible. Ainsi, dans un grain, il y a un grand nombre de bandes de glissement. De plus, on observe le plus souvent l'activation d'un second système de glissement. En revanche, moins de grains comportent des bandes de glissement et ils se situent essentiellement au niveau des congés de l'entaille (Figure 7).

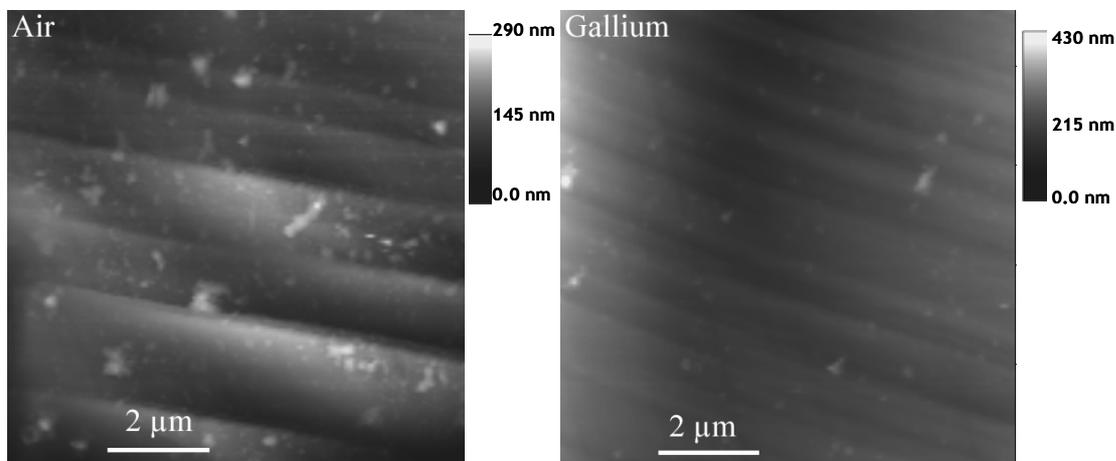


Figure 7 : observations AFM de bandes de glissement à l'air et en gallium

En gallium et à l'air sont observées des déformations entre les grains c'est-à-dire au niveau des joints de grain qui sont dans les deux cas d'environ 30 à 50 nm. Cependant, en présence de gallium, ces déformations, plus nombreuses, sont aussi plus localisées au bord de l'entaille. A l'air, elles sont réparties sur une surface beaucoup plus large.

Après les essais en gallium, des micro-fissures sont observées en fond d'entaille. Aucune fissure n'a été observée à l'air (Figure 8).

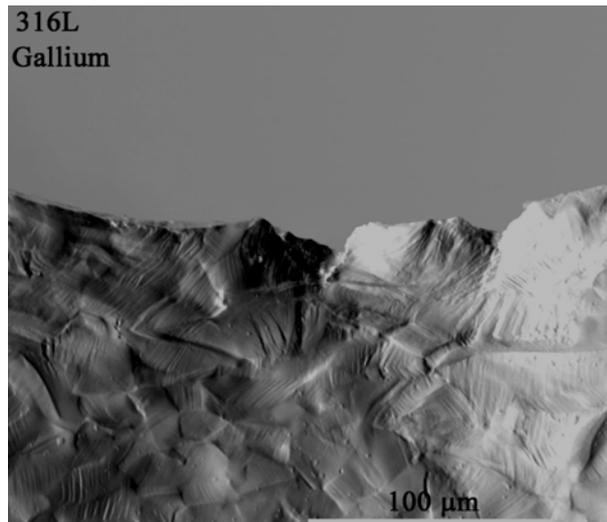


Figure 8 : observation au MEB du fond d'entaille - essai en gallium

A l'air, la déformation plastique semble essentiellement localisée à l'intérieur des grains, au niveau des bandes de glissement. En présence de gallium, à l'intérieur d'un grain, la déformation plastique semble moins localisée. De plus, une importante déformation intergranulaire est observée.

En gallium, les déformations plastiques et l'endommagement les plus importants (nombre et rugosité) se situent au niveau des joints de grain et sont localisés près du bord de l'entaille. Cet endommagement intergranulaire a déjà été constaté. En effet, lors d'essais de fatigue propagation [Kol04], il a été observé, en présence de gallium, un endommagement intergranulaire qui n'est pas présent à l'air. Ainsi, le métal liquide aurait un effet prépondérant sur la tenue au niveau du joint de grain. Le nombre important de bandes de glissement à l'intérieur d'un grain, effet observé en présence de gallium, semble montrer l'aptitude du métal liquide à favoriser la plasticité, l'émission de dislocations et donc le nombre de bandes de glissement. Cependant, l'effet principal du gallium étant de favoriser une déformation et un endommagement au joint de grain, il semble difficile avec des polycristaux d'étudier l'effet du gallium sur la plasticité intragranulaire. La réalisation d'essai avec des monocristaux semble nécessaire.

Références

[Ahm99] Ahmed J., Wilkinson A.J., Roberts S.G., Study of dislocation structures near fatigue cracks using electron channelling contrast imaging technique (ECCI), *Journal of Microscopy* 195, 197-203, 1999

- [Fer94] Fernandes, P. J. L., Cleeg R.E., Jones, D. R. H., Failure by liquid metal induced embrittlement, *Engineering Failure Analysis* 1, 51-63, 1994
- [Kol04] Kolman D.G., Chavarria R., Liquid-Metal Embrittlement of Type 316L Stainless Steel by gallium as Measured by Elastic-plastic Fracture Mechanics, *Corrosion* 60, 254-261, 2004
- [Lyn88] Lynch S.P., Environmentally assisted cracking overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process, *Acta Metallurgica* 36, 2639-2661, 1988
- [Nic01] Nicaise G., Sensibilité de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1 à la fragilisation par les métaux liquides, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2001
- [Sok01] Sokolov M.A., Landes J.D., Lucas G.E., Subsize specimens for fatigue crack growth rate testing of metallic materials, Small specimen test, ASTM-STP-1418, American Society for Testing and Material, fourth volume, 2001
- [Sto82] Stoloff, N. S., Metal induced embrittlement a historical perspective. Embrittlement by liquid and solid metals, M. H. Kamdar, 3-26, 1982
- [Ver05] Verleene A., Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide, Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologies de Lille 1, 2005

Perspectives

Les travaux de recherche présentés montrent que l'étude du comportement de la surface du matériau ou l'analyse de la surface après essai permettent de mieux comprendre la tenue globale du matériau dans un environnement inerte ou pas. De plus, les études portant sur le comportement mécanique des matériaux en présence de métal liquide mettent en évidence l'importance de l'interface métal solide / métal liquide, sous chargement mécanique. Plusieurs perspectives d'études et de recherches me semblent à approfondir.

La microscopie à force atomique en mode topographique se révèle être un outil tant qualitatif que quantitatif, permettant d'observer et de caractériser la déformation plastique et les phénomènes d'endommagement. Des études plus approfondies des reliefs provoqués par la déformation plastique sont nécessaires, en lien avec les caractéristiques des mouvements des dislocations et donc les structures de dislocation formées. De plus, une meilleure compréhension des reliefs formés à la surface devrait permettre de définir des grandeurs topographiques pertinentes, mesurables par AFM qui pourront être la base de la quantification de l'accommodation plastique (pour la phase ferritique dans le cas des aciers duplex). En mode MFM (magnetic force microscopy), l'AFM permet de détecter la présence de zones magnétiques. Ainsi, détecter et localiser certains changements de phases qui ont lieu sous chargement mécanique (transformation de l'austénite en martensite) est possible par analyses AFM-MFM.

L'étude par analyse AFM de l'accommodation de la déformation plastique de chacune des phases d'un acier duplex a permis de mieux comprendre le rôle de chacune des deux phases. La phase austénitique, en plus d'accommoder la plasticité va contribuer à induire une déformation plastique au niveau de la ferrite. Ainsi l'accommodation plastique d'un acier duplex ne sera pas la somme de l'accommodation de chacune des deux phases prises séparément. La réponse d'une phase dépend de l'autre phase et de la manière (intensité) dont celle-ci accommode la plasticité. Cependant, si certaines conditions de transfert de l'accommodation de la déformation plastique d'une phase à une autre ont pu être identifiées (notamment la désorientation cristallographique entre les grains), les mécanismes ne sont pas décrits et l'ensemble des paramètres est mal connu (critère de contrainte, de déformation plastique cumulée ...). Des analyses plus complètes (AFM, MEB-EBSD) doivent être poursuivies

pour les différentes situations de transfert ou d'interactions, entre les deux phases : à bas taux de déformation, au niveau de la formation de zone de haute rugosité, au niveau de la formation d'extrusion de type « corde » ou de type « bande » au sein de la phase ferritique. J'envisage, par une méthodologie de travail similaire à celle développée pour l'étude des aciers duplex, d'étudier pour des structures biphasées « plus complexes » le rôle de chacune des phases dans l'accommodation de la déformation plastique, menant à l'endommagement des matériaux : aciers ferrito-bainitiques, alliages renforcés par des particules dures (aciers ou cuivre renforcés ODS). La prise en compte de l'effet de l'environnement (oxydation à chaud, vide, eau de mer) est intéressante à envisager, notamment pour les matériaux utilisés dans ces milieux. La difficulté sera liée à l'obtention d'informations AFM exploitables, malgré d'éventuels produits de corrosion ou d'oxydation.

Les paramètres clé au niveau de l'influence de la présence d'un métal liquide sur le comportement mécanique des matériaux sont les conditions d'interface métal liquide / métal solide : présence de couche d'oxyde, nature et épaisseur de la couche d'oxyde, présence de dépôt, état de surface du matériau, température et chimie du bain de métal liquide, réactions possibles de certains éléments du métal liquide et du matériau. Ces conditions d'interface métal liquide / matériau restent, en général, mal connues et mal définies par les chercheurs étudiant le comportement mécanique parce que ces connaissances font appel à des considérations physico-chimiques et thermo-chimiques. De plus, les échelles à prendre en compte sont non seulement celles de la microstructure mais aussi celles des interactions et des réactions, c'est-à-dire à l'échelle atomique. Enfin, si la connaissance des conditions d'interface avant sollicitation mécanique est primordiale, leurs évolutions, encore moins bien connues, sont aussi à prendre en compte pour comprendre l'effet du métal liquide lors d'une sollicitation mécanique : en pointe de fissure, au niveau des surfaces d'un faciès de rupture, dans des milieux confinés, à des interfaces matériau / revêtement ou matériau de base / matériau soudé. Pour mieux prendre en compte ces paramètres, au moins trois démarches de travail me semblent importantes à développer simultanément :

- l'étude et la détermination des conditions d'interface, notamment la détermination du mouillage en contrôlant la chimie de la surface du matériau et celle du métal liquide et de l'environnement,
- l'étude du comportement mécanique de matériau en présence de métal

liquide dont la chimie est le plus strictement contrôlée, afin de pouvoir connaître les conditions d'interface métal solide / métal liquide,

- l'étude locale de l'endommagement et de la plasticité après essai mécanique (AFM, MEB, MEB-EBSD, MET) afin de mieux comprendre l'influence du métal liquide sur les phénomènes de déformation plastique pour différents types de microstructure.

Annexe

Curriculum Vitae

Formation et expériences professionnelles

- Depuis octobre 2002
Chargée de Recherche au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (UMR CNRS 8517)¹ dans l'équipe Propriétés mécaniques et effets d'environnement (animée par le Prof. J-B. Vogt)
- 2000 - 2002
Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche à l'université de Rennes 1 et au Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de Rennes 1, UPRES-JE 2310
Recherche : Développement, mise au point et essais d'indentation à chaud sur des verres spéciaux
- 1997 - 2000
Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique, spécialité mécanique et matériaux, effectuée au sein du Centre Technique d'Arcueil, établissement de la DGA, et au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS, UMR CNRS 7649, Palaiseau)
Contribution à l'étude des phénomènes d'usure sous frottement en milieu marin
- 1997
D.E.A. procédés de fabrication, option enlèvement de matière, E.N.S.A.M. Paris
Diplôme d'ingénieur généraliste C.E.S.T.I. (Centre d'Etudes Supérieures des Techniques Industrielles), option mécanique et matériaux

¹ Depuis le 1^{er} janvier 2010, le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux n'existe plus. La majorité de ses membres fait partie de l'Unité Matériaux et Transformations (UMR CNRS 8207) qui est la réunion de différentes équipes de l'université de Lille 1, travaillant sur les matériaux et leurs transformations.

Enseignement, formation et diffusion de la culture scientifique

Co direction et co encadrement de thésards

Co direction de thèse (avec Pr. J-B. Vogt) :

- Mécanismes de plasticité et d'endommagement d'alliages métalliques en présence de sodium liquide - Ouadie Hamdane - début en octobre 2009
- Etude du partage de la plasticité d'acier duplex par microscopie à force atomique - Daniel Salazar - soutenue le 08/02/2008

Participation à l'encadrement de thèse (directeurs : J-B. Vogt et A. Legris) :

- Comportement en fatigue de l'acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide - Arnaud Verleene - soutenue le 18/11/05

Enseignements

Depuis octobre 2002

Corrosion

- 2^{ème} année Ecole Nationale Supérieure de Chimie Lille (ENSCL) : 15 heures cours/an (2009/2010, 2008/2009, 2007/2008, 2006/2007, 2005/2006, 2004/2005, 2003/2004, 2002/2003)
- Master « professionnel » Valorisation de la Matière Minérale - Université de Lille 1 : 10 heures cours/an (2006/2007)

Métallurgie

- 1^{ère} année de l'Institut Catholique des Arts et Métiers (ICAM) en formation continue : 14 heures cours et 8 heures de TD/an (2008/2009, 2007/2008, 2006/2007)
- 1^{ère} année de l'ICAM : 12 heures de cours (2008/2009)

Sciences des matériaux et Métallurgie

- 1^{ère} année de l'ICAM : 30 heures de cours (2009/2010)

Microscopie à Force Atomique - microscopie à champ proche

- 3^{ème} année ENSCL (option optimisation et fiabilité des matériaux) : 8 à 10 heures de TP/an (2009/2010, 2007/2008, 2006/2007, 2005/2006, 2004/2005, 2003/2004)
- 1^{ère} année Polytech'Lille : 6 heures de cours/an et un tutorat de 5 ou 6 heures/an (2008/2009, 2007/2008, 2006/2007, 2005/2006)
- Master « recherche » « sciences de la matière » spécialité « Matériaux, Procédés, Valorisation, Innovation, Recherches » : 6 heures de cours, 2 heures de TD, 2 heures de démonstration par an (2008/2009, 2007/2008, 2006/2007, 2005/2006)

Année 2001 / 2002

Université de Rennes 1, Filière génie mécanique

<i>Enseignements</i>	<i>Service</i>	<i>Niveau</i>
Résistance des matériaux	18 H Cours	Licence
Matériaux	14 H Cours, 24 H TP	Licence
Transmission de Puissance	12 H Cours, 30 H TD	Maîtrise
Asservissement	12 H TP	Maîtrise
Métallurgie	14 H Cours, 10 H TD, 24 H TP	Maîtrise
Travail d'étude et de Recherche ¹	13,5 H _{eq} TD	

Université de Rennes 1, D.E.U.G.

Mécanique et matériaux, 1^{ère} année de DEUG, 10 H de TD

Année 2000 / 2001

Université de Rennes 1, Filière génie mécanique

<i>Enseignements</i>	<i>Service</i>	<i>Niveau</i>
Résistance des matériaux	13,5 H Cours	Licence
Matériaux	24 H TP	Licence
Bureau d'études	24 H TD	Licence

¹ Activité d'encadrement

Transmission de Puissance	12 H Cours, 30 H TD	Maîtrise
Asservissement	16 H TP	Maîtrise
Métallurgie	14 H Cours, 10 H TD, 33 H TP	Maîtrise
Travail d'étude et de Recherche ¹	13,5 H _{eq} TD	

Année 1999 / 2000

Ecole Nationale supérieure des Techniques Avancées (ENSTA)

Mécanique des milieux continus, 1^{ère} année, 30 H TD

Suivi et encadrement de stagiaires

Master Recherche

- Ouadie Hamdane : Etude de la fragilisation de l'acier austénitique 316L par l'eutectique plomb-bismuth

Master « recherche » « sciences de la matière » spécialité « Matériaux, Procédés, Valorisation, Innovation, Recherches » - Université Lille 1 - 2009

- Andry Heriniaina Ramarolahy : Contribution à la compréhension des mécanismes d'influence d'un métal liquide sur la déformation plastique d'alliages métalliques

Master « recherche » « sciences de la matière » spécialité « Matériaux, Procédés, Valorisation, Innovation, Recherches » - Université Lille 1 - 2009

- Jérémie Bouquerel : Etude du Comportement en fatigue à chaud de l'acier martensitique Z10CDNbV9-1

D.E.A. en Sciences des Matériaux - Université Lille 1 - co-encadrement J-B. Vogt - 2003

- Abdelhak Nafi : Indentation de verres de chalcogénures

D.E.A. « Mécanique des Matériaux et des Fluides, Génie Mécanique, Génie Civil » - Université Rennes 1 - co-encadrement V. Kéryvin - 2001

Master Professionnel

- Jérémy Moreau et Benoît Vandebon : Mise en évidence de la ferrite dans l'acier martensitique Z10CDNbV9-1, étude des propriétés mécaniques

D.E.S.S. Matériaux - Université Lille 1 - co-encadrement avec J-B Vogt et A. Verleene - 2004

Stage Ecole d'Ingénieur

- Nelly Jacob et Manuel Domingues : Evaluation de la performance d'un dépôt pour augmenter la résistance à la fatigue oligocyclique d'un acier martensitique T91 à 300°C dans l'eutectique plomb-bismuth liquide
Projet de fin d'études, Polytech'Lille - 2008
- Jia Bai : Etude de la potentialité de l'essai de Small Punch Test à détecter la corrosion intergranulaire de l'acier inoxydable 316L
Stage de 2^{ème} année de l'ENSCL - co-encadrement avec J-B. Vogt - 2007
- Boyco Petkov : Tenue mécanique des matériaux en contact avec un métal liquide (Pb-Bi)
Stage de 2 mois de 4^{ème} année - University of Chemical Technology and Metallurgy - Sofia (Bulgarie) - 2007
- Biya Hafidi et Vianney Hus : Etude par Small Punch Test de la fragilisation des aciers T91 et 316L par l'eutectique Plomb-Bismuth liquide
Projet de fin d'études, Polytech'Lille - 2007
- Nicolas Dapsens, Sylvain Taverne, Cédric Poisson : Enceinte de contrôle de l'oxygène dans un métal liquide
CESI - 2^{ème} année - co-encadrement avec J-B Vogt - 2006
- Jean-Baptiste Duquenne et Thibaut Rudowski : Caractérisation mécanique de l'endommagement d'aciers : utilisation de l'essai de Small Punch Test en lien avec la microstructure
Projet de fin d'études, Polytech'Lille - 2006
- Julien Smagghe : Fragilisation d'un acier inoxydable (316L) par un métal liquide (Pb-Bi et Hg)
Projet de fin d'études, Polytech'Lille - co-encadrement avec J-B Vogt - 2004
- Wihlem Isaac : Banc d'essai d'indentation à hautes températures
Stage de fin d'étude de l'Institut Supérieur Industriel Pierrard (Belgique) - co-encadrement avec J-C. Sangleboeuf - 2001
- Ludovic Souriou : Etude en corrosion et tribocorrosion
2^{ème} année de l'Institut Universitaire Professionnalisé "Génie des matériaux" d'Evry - co-encadrement avec E. Beauprez - 1999

Projets matériaux de l'E.N.S.C.L. (3^{ème} année)

- Jean-Baptiste Chesnot et Jean-François Vigier : Utilisation de la microscopie à force atomique pour identifier une phase magnétique dans un acier inoxydable (2008/2009)

- Adeline Girod et Ngoc-Khanh Vu : Analyse de pace makers défectueux (co-encadrement avec J-B. Vogt - 2008/2009)
- Jérémie Louisy et Stéphanie Fernandes Paixao : Etude de la déformation de l'acier T91 par AFM (2007/2008)
- Skander Khelifi et Philippe Bernardo : Etude du mode de rupture d'éprouvettes miniatures selon leur épaisseur et le milieu (2006/2007)
- Cédric Mach et Loic Pichavant : Propriétés mécaniques d'aciers austéno-ferritiques (2005/2006)
- Sébastien Hanot et Mélanie Meyer : Utilisation de l'AFM pour la détection de la déformation plastique d'un acier duplex (co-encadrement J-B Vogt - 2003/2004)
- Grégory De Temmerman et Thibaut Sauzeau : Etude des conditions de préchargement cathodique sur l'endommagement en surface d'un acier martensitique (co-encadrement J-B Vogt - 2002/2003)

Production scientifique

1. Chapitre d'ouvrages

[1] Vogt J-B., Salazar D., Serre I.

Partition of cyclic plasticity in the 25Cr-7Ni-0.25N duplex stainless steel investigated by atomic force microscopy

Duplex Stainless Steels, chapter 8, pp275-302, edited by I. Alvarez-Armas and S. Degallaix-Moreuil, Ltd and John Wiley & Sons, 2009

2. Revues à comité de lecture

[1] Vogt J-B., Serre I, Verleene A.

Fatigue behaviour of a 9Cr1MoNbV martensitic steel a in liquid metal

Materials testing, Volume 51, pp 810-813, November-December 2009

[2] Serre I., Vogt J-B.

Mechanical properties of 316L/T91 weld joint tested in Lead-Bismuth liquid

Materials & Design, Volume 30, Issue 9, pp 3776-3783, October 2009

[3] Serre I., Salazar D, Vogt J-B.

LCF mechanisms of the 25Cr-7Ni-0.25N duplex stainless steel investigated by atomic force microscopy

Materials testing, Volume 51, pp 365-369, June 2009

[4] Serre I., Salazar D., Vogt J-B.

Atomic Force Microscopy investigation of surface relief in individual phases of deformed Duplex Stainless Steel

Materials Science & Engineering A, Volume 492, pp 428-433, 2008

[5] Serre I., Vogt J-B.

Heat Treatment Effect of T91 martensitic steel on Liquid Metal Embrittlement

Journal of Nuclear Materials, Volume 376, Issue 3, pp 330-335, June 2008

[6] Auger T., Serre I., Lorang G., Hamouche Z., Gorse D., Vogt J-B.

Role of oxidation on LME of T91 steel studied by Small Punch Test

Journal of Nuclear Materials, Volume 376, Issue 3, pp 336-340, June 2008

[7] Fazio C., Groschel F., Wagner W., Thomsen K., Smith B.L., Stieglitz R., Zanini L., Guertin A., Cadiou A., Henry J., Agostini P., Dai Y., Heyck H., Dementjev S., Panebianco S., Almazouzi A., Eikenberg J., Letourneau A., Toussaint J.C., Janett A., Perret C., Joray S., Patorski J., Leung W., Meloni P., Turrone P., Zucchini A., Benamati G., Konysa J., Auger T., Gessi A., Gorse D., Serre I., Terlain A., Vogt J-B., Batta A., Class A., Cheng X., Fellmoser F., Daubner M., Gnieser S., Grotzbach G., Milenkovic R., Latge C., Knebel J-U.

The MEGAPIE-TEST project: Supporting research and lessons learned in first-of-a-kind spallation target technology

Nuclear Engineering and Design, Volume 238, pp1471-1495, 2008

[8] Vogt J-B., Verleene A., Serre I., Balbaud-Célérier F., Martinelli L., Terlain A.

Understanding the liquid metal assisted damage sources in the T91 martensitic steel for safer use of ADS

Engineering Failure Analysis, Volume 14, Issue 6, pp 1185-1193, September 2007

- [9] Serre I., Vogt J-B.
Liquid Metal Embrittlement of the T91 martensitic steel evidenced by the Small Punch Test
Nuclear Engineering and Design, Volume 237, Issue 7, pp677-685, April 2007
- [10] Verleene A., Vogt J-B., Serre I., Legris A.
Low cycle fatigue behaviour of T91 martensitic steel at 300°C in air and liquid lead bismuth eutectic
International Journal of Fatigue, Volume 28, pp 843-851, 2006
- [11] Serre I., Pradeilles Duval R.M., Celati N.
Tribological and corrosion experiments of graphite ring against Ti-6Al-4V disk: Influence of electrochemical and mechanical parameters
Wear, Volume 260, Issues 9-10, pp 1129-1135, May 2006
- [12] Legris A., Vogt J.-B., Verleene A., and Serre I.
Wetting and mechanical properties, a case study: liquid metal embrittlement of a martensitic steel by liquid lead and other liquid metals
Journal of Materials Science, Volume 40, n°9-10, pp 2459-2463, 2005
- [13] Vogt J-B., Verleene A., Serre I., Legris A.
Mechanical behaviour of the T91 martensitic steel under monotonic and cyclic loadings
Journal of Nuclear Materials, Volume 335, Issue 2, pp 222-226, November 2004
- [14] Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.
Tribological and corrosion wear of graphite ring against Ti6Al4V disk in artificial sea water
Wear, Volume 252, Issues 9-10, pp 711-718, May 2002
- [15] Guin J-P., Rouxel T., Keryvin V., Sangleboeuf J-C., Serre I., Lucas J.
Indentation creep of Ge-Se Chalcogenide glasses below T_g : elastic recovery and non-Newtonian flow
Journal of Non-Crystalline Solids, Volume 298, pp 260-269, 2002

[16] Serre I., Bonnet M., Pradeilles-Duval R.M.
Modelling an abrasive wear experiment by the boundary element method,
Compte-Rendu à l'Académie des Sciences, série IIb, Volume 329, pp 803-808, 2001

[17] Lederer G., Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.
Tribocorrosion d'un acier inoxydable en milieu marin artificiel
Matériaux et Technique, numéro spécial, pp 5-10, 1999

3. Actes de colloque à comité de lecture

[1] Serre I., Vogt J-B.
Mechanical resistance in liquid Lead-Bismuth of 316L/T91 welded by electron beam
Proceedings of the 17th International Conference on Nuclear Engineering ICONE 17,
Brussels, Belgium, 12-16 July 2009

[2] Gorse D., Auger T., Serre I., Vogt J-B.
Susceptibility to LME of the T91 martensitic steel as function of surface chemistry and metallurgical conditions
3rd Conference Heavy Liquid-Metal Coolants In Nuclear Technologies (HLMC-2008),
Obninsk, Russia, September 15-19, 2008

[3] Vogt J-B., Serre I, Verleene A.
Fatigue behaviour of a 9Cr1MoNb-V martensitic steel a in liquid metal
Sixth International Conference on Low Cycle Fatigue, Berlin, Germany, 8-12
September 2008
Deutscher Verband fur Materialforschung und prufung e.V. pp 771-778

[4] Salazar D, Serre I., Vogt J-B.
LCF mechanisms of the 25Cr-7Ni-0.25N duplex stainless steel investigated by atomic force microscopy
Sixth International Conference on Low Cycle Fatigue, Berlin, Germany, 8-12
September 2008
Deutscher Verband fur Materialforschung und prufung e.V. pp 85-90

[5] Serre I., Salazar D, Vogt J-B

Plastic deformation quantified by Atomic Force Microscopy measurement for Duplex Stainless Steel under monotonic and cyclic loading

6th BSSM International Conference on Advances in Experimental Mechanics, London, United Kingdom, 9-11 September 2008

Applied Mechanics and Materials, Volumes 13-14, pp 163-172, 2008

[6] Vogt J-B., Verleene A. Serre I., Balbaud-Célérier F., Terlain A.

Coupling effects between corrosion and fatigue in liquid Pb-Bi of T91 martensitic steel

Eurocorr 2005, Event n°273, paper 451, Lisbon, Portugal, 4-8 September 2005

[7] Vogt J-B., Serre I., Verleene A. and Legris A.

Liquid Metal-induced embrittlement of a Fe9Cr1Mo martensitic steel

Environment Induced Cracking of Materials EICM 2, Banff, Canada, 19-23 September 2004

Environment-Induced Cracking of Materials - volume 1 : Chemistry, Mechanics and Mechanisms, Edited by S.A. Shipilov, R.H. Jones, J-M. Olive et R.B. Rebak, Publisher Elsevier, 2008, pp 481-489

[8] Serre I., Bonnet M., Pradeilles Duval R.M.

Simulation de l'usure sous frottement : utilisation des éléments de frontière

5^e Colloque national en calcul des structures, Teknea, J.L. Batoz, H. Ben-Dhia et P. Chauchot, pp 245-252, Giens, France, 15-18 mai 2001

[9] Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.

Tribological and corrosion behaviours of graphite and titanium alloys couple during ring on disc tests

Euromat, Tours, France, Advances in Mechanical Behaviour Plasticity and Damage, Elsevier, Ed. D. Miannay, P. Costa, D. François, A. Pineau, Volume1, pp 591-596, November 2000

[10] Serre I., Celati N., Bonnet M., Pradeilles Duval R.M.

Wear modelling of contact plan / plan between graphite and titanium alloy

Surface Modification Technologies XIV (Paris, September 2000), Edited by T.S. Sudarshan and M. Jeandin, ASM International, Materials Park, Ohio and IOM Communications Ltd, UK, pp 287 - 293, 2001

4. Communications à des congrès, symposiums

[1] Serre I., Salazar D., Vogt J-B.

Etude et quantification par AFM de la plasticité cyclique d'un acier austéno-ferritique

Forum Microscopies à sonde locale 2009, Hardelot, France, 16-19 Mars 2009

Communication sous forme de poster

[2] Serre I., Vogt J-B.

Utilisation de la microscopie à force magnétique pour la détection et la quantification de phases magnétiques dans les aciers

Forum Microscopies à sonde locale 2009, Hardelot, France, 16-19 Mars 2009

Communication sous forme de poster

[3] Vogt J-B., Serre I, Verleene A.

Fatigue behaviour of a 9Cr1MoNb-V martensitic steel in liquid metal

Fatigue and plasticity from mechanisms to design JIP 2008, Paris, France, 20-22 May 2008

Communication sous forme de poster - avec publications dans actes

[4] Salazar D, Serre I., Vogt J-B.

LCF mechanisms of the 25Cr-7Ni-0.25N duplex stainless steel investigated by atomic force microscopy

Fatigue and plasticity from mechanisms to design JIP 2008, Paris, France, 20-22 May 2008

Communication orale - avec publications dans actes

[5] Vogt J-B., Serre I.

Liquid metal assisted damage of the T91 martensitic steel

Mechanical Testing for Next Generation Nuclear Systems, the JRC Institute for Energy in Petten, Netherlands, 17-18 April 2008

Communication sous forme de poster

[6] Serre I., Salazar D., Vogt J-B.

La microscopie à force atomique pour l'étude et la quantification de la plasticité d'aciers de structure

Forum Microscopies à sonde locale 2008, La Londe les Maures, France, 17-20 Mars 2008

Communication orale

[7] Salazar D, Serre I., Vogt J-B.

Atomic Force Microscopy used to study cyclic plasticity mechanisms in a Duplex Stainless Steel

Euromat, Nuremberg, Germany, 10-13 September 2007

Communication sous forme de Poster

[8] Serre I., Vogt J-B.

The risk of Liquid Metal Embrittlement of the T91 martensitic steel evidenced by Small Punch Test

Euromat, Nuremberg, Germany, 10-13 September 2007

Communication orale

[9] Salazar D., Serre I., Vogt J-B.

Using Atomic Force Microscopy to study cyclic plasticity mechanisms in a DSS-25Cr-7Ni-0.25N

International & Expo DUPLEX 2007, Grado - Italy, 18-20 June 2007

Communication sous forme de poster - avec publications dans actes

[10] Vogt J-B., Verleene A., Serre I., Balbaud-Célérier F., Martinelli L., Terlain A.

Liquid metal-assisted fracture of the T91 martensitic steel

SMINS: Structural Materials for Innovative Nuclear Systems : Developing synergies in materials science for innovative nuclear systems, Forschungszentrum Karlsruhe (FZK), Germany, 4-6 June 2007

Structural Materials for Innovative Nuclear Systems, NEA, pp 391-400

Communication sous forme de poster- avec publications dans actes

[11] Serre I., Vogt J-B.

Liquid Metal Embrittlement sensitivity of structural steels studied by Small Punch Test

IV Workshop on Materials for HLM-cooled Reactors and Related Technologies, Rome, Italy, 21-23 May 2007
Communication orale

[12] Auger T., Serre I., Lorang G., Hamouche Z., Gorse D., Vogt J-B.
Effect induced by PbBi and oxidation on crack initiation by Small Punch Test
IV Workshop on Materials for HLM-cooled Reactors and Related Technologies, Rome, Italy, 21-23 May 2007
Communication orale

[13] Salazar D., Serre I., Vogt J-B.
Le partage de la plasticité cyclique d'un acier Duplex étudié par analyse au microscope à force atomique
Forum Microscopies à sonde locale 2007, Aube - Forêt d'Orient, France, 26-29 Mars 2007
Communication orale

[14] Caestecker P., Serre I., Iost A., Vogt J-B.
Apport de la simulation numérique à l'essai de Small Punch Test
Des Matériaux 2006 - Dijon, France, 13 au 17 Novembre 2006
Communication sous forme de poster - avec publications dans actes

[15] Van den Bosch J., Serre I., Vogt J-B., Almazouzi A.
Assessment of the Behavior of TIG and EB Welds of T91 and 316L in LBE
Eight International Workshop on Spallation Materials (IWSM-8), Taos, New Mexique, USA, 16-20 October, 2006
Communication orale

[16] Vogt J-B., Verleene A., Serre I.
Liquide metal-assisted fracture of T91 martensitic steel
Second International Conférence on Engineering Failure Analysis (ICEFA-2), Toronto, Canada, 12-15 September, 2006
Communication orale

[17] Serre I., Salazar D., Vogt J-B.
Etude du partage de la plasticité d'acier Duplex par microscopie à force atomique

Forum Microscopies à sonde locale 2006, Autrans, France, 27-31 Mars 2006
Communication orale

[18] Héripuré E., Crepin J., Roos A., Serre I., Chaboche J-L.
Experimental and numerical study of plastic behaviour and crack propagation in
gamma-based TiAl microstructures
EUROMECH-MECAMAT EMMC8 Paris, France, 13-15 September 2005
Communication orale - avec publications dans actes

[19] Salazar D., Serre I., Vogt J-B.
Etude du partage de la plasticité d'un acier inoxydable austeno-ferritique par
microscopie à force atomique
Colloque Plasticité 2005, La Rochelle, France, 11-13 Avril 2005
Communication sous forme de poster

[20] Legris A., Vogt J-B., Verleene A., Serre I.
Wetting and mechanical properties, a case study: liquid metal embrittlement of a
martensitic steel by liquid lead and other liquid metals
High Temperature Capillarity 4, Sanremo; Italy; March 31-April 3, 2004
Communication orale

[21] Vogt J-B., Serre I., Verleene A., Legris A.
Influence of liquid Pb-Bi bath on the mechanical properties of the T91 steel.
III International Workshop on Materials for Hybrid Reactors and Related Technologies,
Rome, Italy, 13-15 October 2003
Communication orale

[22] Serre I., Bonnet M., Pradeilles Duval R.M.
Plan/plan sliding contact modelling by boundary element method
4th Euromech, Solid Mechanics Conference, Volume 2, p 309, Metz, France, June 2000
Communication orale

[23] Serre I., Celati N.

Modeling of contact between graphite and Ti6Al4V alloy or Ti6Al4V alloy reinforced TiC in seawater environment : tribology-corrosion tests with ring on disc tribometer, materials wear analysis

197^{ème} Meeting of the Electrochemical Society, Volume 200-1, Toronto, Canada, May 2000

Communication orale

[24] Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.

Modélisation d'un contact plan/plan entre un graphite et du Ti6Al4V renforcé TiC : essais de tribocorrosion anneau/disque, analyse de l'usure des matériaux

Congrès national Mecamat, "frottement, surface, contact", Aussois, France, Janvier 2000

Communication sous forme de poster

[25] Celati N., Lederer G., Serre I., Vaslin T.

Tribocorrosion d'un acier inoxydable en milieu marin artificiel

38^{èmes} journées du cercle d'études des métaux, "matériaux, usure et corrosion", Liège, Belgique, bulletin du Cercle d'Etudes des Métaux, tome 16, n° 19, pp 8-1 à 8-7, mai 1999

Communication orale - avec publications dans actes

[26] Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.

Modélisation d'un contact graphite contre Ti6Al4V renforcé TiC en milieu marin : essais de tribocorrosion plan / plan de type anneau / disque

38^{èmes} journées du cercle d'études des métaux, "matériaux, usure et corrosion", Liège, Belgique, bulletin du Cercle d'Etudes des Métaux, tome 16, n° 19, pp 15-1 à 15-8, mai 1999

Communication orale - avec publications dans actes

5. Workshops

Workshops

[1] Vogt J-B., Serre I.

Role of wetting in liquid metal embrittlement occurrence of metallic alloys
3rd International Topical Seminar : Role of wetting in liquid metal embrittlement occurrence of metallic alloys “Coolants and Innovative Reactor Technologies” - Coolants: Wetting phenomena in liquid metals and their consequences on the operation of nuclear systems - Aix en Provence, France, 6-7 Juillet 2009

[2] Vogt J-B., Serre I.

Corrosion par Pb-Bi : les conséquences sur la résistance à la fatigue
Atelier GEDEPEON - les matériaux pour les Réacteurs de 4ème Génération - Aix en Provence, France, 16-17 Octobre 2008

[3] Vogt J-B., Serre I.

Fragilisation par les métaux liquides : caractérisation, protection, prévention
Atelier GEDEPEON - les matériaux pour les Réacteurs de 4ème Génération - Tours, France, 16-17 Octobre 2007

[4] Diop I., David N., Fiorani J-M., Podor R., Vilasi M., Serre I., Vogt J-B

Comportement à la corrosion des aciers rentrant dans la fabrication de MEGAPIE au contact du plomb ou de l'eutectique plomb-bismuth
Atelier GEDEPEON - les matériaux pour les Réacteurs de 4ème Génération - Tours, France, 16-17 Octobre 2007

[5] Vogt J-B., Serre I.

Liquid Metal assisted damage of structural steels in ADS components
Atelier GEDEPEON Accelerator Driven System - Aix en Provence, France, 18-19 Mai 2006

[6] Salazar D., Serre I., Vogt J-B.

Study of Cyclic Deformation of High Nitrogen Duplex Stainless Steels
Topical day on Corrosion Fatigue - CEFACOR - Talence, France, 9 Septembre 2005

[7] Auger T., Gorse D., Vogt J-B., Serre I., Almazouzi A., Sapundjiev D., Van den Bosch J., Dai Y., Long B., Konys J., Fazio C., Gessi A. LME and fatigue of T91 steel in LBE: a review

MEGAPIE Technical Review Meeting 2005 SCK-CEN - Mol, Belgium, 27-29 June 2005

[8] Serre I., Verleene A., Legris A., Vogt J-B. Mechanical properties of the T91 steel in liquid metals (tensile and fatigue tests)

OECD-NEA, Paris, France, September 23-24, 2004

[9] Vogt J-B., Legris A., Verleene A., Guittier G., Serre I.

Fatigue behaviour of the T91 martensitic steel in liquid Pb-Bi

MEGAPIE Technical Review Meeting 2004 Subatech - Nantes, France, 24-26 May 2004

[10] Vogt J-B., Legris A., Verleene A., Guittier G., Serre I.

Fatigue experiments on T91 steel in Pb-Bi

MEGAPIE Technical Review Meeting 2003, Paris, France, 18-19 March 2003

6. Autres

Réunions d'avancement de projets nationaux ou internationaux

[1] Proriol Serre I., Vogt J-B., David N., Vilasi M.

Etude de la sensibilisation d'alliages Fe-Cr ductiles à la fragilisation par métal liquide
Journées GEDEPEON Paris, France, 18-19 Novembre 2009

[2] Proriol Serre I., Vogt J-B.

Mise au point de l'essai Small Punch Test en présence de Pb-Bi à teneur en oxygène contrôlée

Journées GEDEPEON Paris, France, 18-19 Novembre 2009

[3] Vogt J-B., Proriol Serre I., Bouquerel J., Courouau J-L., Lorentz V., Balbaud-Célérier F.

Mise au point de l'essai Small Punch Test en milieu sodium liquide et caractérisation de matériaux de structure.

Journées GEDEPEON Paris, France, 18-19 Novembre 2009

[4] Serre I., Vogt J-B., Diop I., David N., Vilasi M.

Etude de la sensibilisation d'alliages Fe-Cr à la fragilisation par métal liquide
Journées GEDEPEON Paris, France, 10-11 Décembre 2008

[5] Serre I., Vogt J-B., Diop I., David N., Vilasi M.

Caractérisations (métallurgique, mécanique, résistance à la corrosion Pb Bi) de différents types de revêtements
Journées GEDEPEON Paris, France, 10-11 Décembre 2008

[6] Vogt J-B., Serre I., Courouau J-L., Lorentz V., Balbaud-Célérier F.

Mise au point de l'essai Small Punch Test en milieu sodium liquide et caractérisation de matériaux de structure.
Journées GEDEPEON Paris, France, 10-11 Décembre 2008

[7] Vogt J-B., Serre I., Martinelli L., Balbaud-Célérier F.

Influence d'une pré corrosion dans un alliage liquide Pb-Bi à teneur en oxygène contrôlée sur le comportement en fatigue oligocyclique de l'acier 316L
Journées GEDEPEON Paris, France, 10-11 Décembre 2008

[8] Vogt J-B., Serre I., Bouquerel J.

Creep-fatigue properties of T91 & 316L in LBE
DEMETRA-Creep MEETING, Cadarache, France, 25 juin 2008

[9] Vogt J-B., Serre I., Golek J.

Fatigue behaviour of the 316L austenitic steels in contact with LBE
EUROTRANS DM4 DEMETRA Monitoring Meeting WP4.1, WP4.2 and WP4.3 -
Forschungszentrum Karlsruhe, Germany, 03-06 March 2008

[10] Serre I., Vogt J-B., Diop I., Fiorani J-M., David N., Podor R., Vilasi M. Martinelli L., Balbaud-Célérier F., Auger T., Lorang G., Gorse D.

Etat de surface et endommagement par les métaux liquides d'aciers de structure
Journées GEDEPEON Paris, France, 05-06 Décembre 2007

[11] Vogt J-B., Serre I., Golek J.

Status on fatigue and creep - fatigue of martensitic and austenitic steels in contact with LBE - DEMETRA WP4.2 (task4.2.2)EUROTRANS DM4 DEMETRA Monitoring Meeting WP4.1, WP4.2 and WP4.3 - Forschungszentrum Karlsruhe, Germany, 05-07 March 2007

[12] Serre I., Vogt J-B., Martinelli L., Balbaud-Célérier F., Terlain A., I. Diop I., Fiorani J-M., David N., Podor R., Vilasi M., Auger T.

Etat de surface et endommagement par les métaux liquides d'aciers de structure
Journées GEDEPEON Paris, France, 11-12 Décembre 2006

[13] Vogt J-B., Serre I., Golek J.

Status on fatigue and creep - fatigue of martensitic and austenitic steels in contact with LBE for the period may to September 2006 - DEMETRA WP4.2 (task4.2.2)EUROTRANS DM4 DEMETRA Monitoring Meeting WP4.1, WP4.2 and WP4.3 - CIEMAT - Madrid, Spain, 05-06 October 2006

[14] Vogt J-B., Serre I., Golek J.

Status on fatigue and creep - fatigue of martensitic and austenitic steels in contact with LBE - DEMETRA WP4.2 (task4.2.2)EUROTRANS DM4 DEMETRA Monitoring Meeting WP4.1, WP4.2 and WP4.3 - Forschungszentrum Karlsruhe, Germany, 16-17 May 2006

[15] Vogt J-B., Verleene A., Legris A., Serre I.

Summary of fatigue results of T91 steel
MEGAPIE-TEST, Technical Review Meeting at PSI, Suisse, 23-24 March 2006

[16] Serre I., Verleene A., Vogt J-B., Balbaud-Célérier F., Terlain A.

Influence de l'état de surface induit par corrosion en métal liquide sur la résistance à la fatigue du T91 Journées GEDEPEON Paris, France, 06-07 Décembre 2005

[17] Vogt J-B., Serre I., Golek J.

Status on fatigue and creep - fatigue of martensitic and austenitic steels in contact with LBE - DEMETRA WP4.2 (task4.2.2)EUROTRANS DM4 DEMETRA Monitoring Meeting WP4.1, WP4.2 and WP4.3, Paris, France, 16-17 October 2005

[18] Vogt J-B., Verleene A., Serre I., Legris A.

Fatigue tests in HLM

MEGAPIE-TEST, Technical Review Meeting, Karlsruhe, Germany, 28-29 April 2005

[19] Verleene A., Legris A., Serre I., Vogt J-B.

Comportement sous chargement cyclique de l'Acier T91 dans l'alliage Pb-Bi liquide Journées GEDEPEON, Laboratoire de Physique Sabatomique et de Cosmologie Grenoble, France, 06-08 Décembre 2004

[20] Verleene A., Legris A., Serre I., Vogt J-B.

Fatigue tests in HLM

MEGAPIE-TEST, Technical Review Meeting, ENEA Brasimone, Italy, 29-30 April 2004

[21] Verleene A., Guittier G., Legris A., Serre I., Vogt J-B.

Tenue en fatigue de l'acier T91 dans l'eutectique Pb-Bi

Journées GEDEPEON, Laboratoire de Physique Sabatomique et de Cosmologie Grenoble, France, 08-10 Décembre 2003

[22] Verleene A., Guittier G., Legris A., Serre I., Vogt J-B.

Fatigue experiments on T91 steel in Pb-Bi

MEGAPIE-TEST, Technical Review Meeting, Forschungszentrum Karlsruhe, Germany, 24-26 September 2003

[23] Vogt J-B., Legris A., Verleene A., Guittier G., Serre I.

Fatigue experiments on T91 steel in Pb-Bi

MEGAPIE-Test, Technical Review Meeting at PSI, Suisse, 10-11 March 2003

Groupes de travail

[1] Serre I., Verleene A., Legris A., Vogt J-B.

Mechanical properties of the T91 steel in liquid metals (tensile and fatigue tests)
MEGAPIE-TEST, X7 Meeting, PSI, Suisse, 23 Februar 2005

[2] Serre I., Pradeilles Duval R.M., Celati N.

Essais de tribocorrosion instrumentés en lien avec la simulation mécanique de l'usure
Réunion commune Tribomet-CEFRACOR, groupe tribocorrosion, Paris, France, 21 juin 2002

Autres présentations

[1] Vogt J-B., Proriol Serre I.

Fragilisation et endommagement accéléré par les métaux liquides : le rôle de la surface

Enseignement et Recherche / Matériaux - Arts et Métiers ParisTech - Lille, France, 6 au 8 Juillet 2009

Sous forme de présentation orale

[2] Serre I., Salazar D., Vogt J-B.

Etude par AFM de la plasticité d'aciers de structure

Réunion des utilisateurs de microscopies à force atomique Veeco - Rennes, France, 13-14 Novembre 2008

Sous forme de poster

[3] Serre I., Bellayer S., Diop I., Vilasi M., Vogt J-B.

Caractérisation microstructurale et mécanique de l'acier T91 revêtu par un dépôt à base de bore

Journée d'inauguration de la microsonde électronique, Lille, ENSCL, France, Juin 2008

Sous forme de poster

[4] Serre I.

Contribution à l'étude des phénomènes d'usure sous frottement en milieu corrosif
Séminaire, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse, 1er mai 2001

[5] Serre I.

Méthode des éléments de frontière

Séminaire, Laboratoire de Mécanique des Solides, Palaiseau, France, 23 mai 2000

[6] Serre I.

Modélisation d'un contact graphite contre Ti6Al4V renforcé TiC en milieu marin :
essais de tribocorrosion plan / plan de type anneau / disque

Séminaire, Laboratoire de Mécanique des Solides, Palaiseau, France, 4 mai 1999

Rapports et autres documents

[1] Serre I.

La microscopie à force atomique

La matière grise premier élément d'alliage de la métallurgie, pp279-288, 2008

[2] Vogt J-B., Serre I., Salazar D.

Low cycle fatigue behaviour of grade 23 and grade 24 steels

Rapport à Creusot Loire Industries

Mai 2004

[3] Massol K., Serre I., Resp : J-B. Vogt

Etude du comportement en Fatigue oligocyclique et fluage à chaud de matériaux de
turbine et de collecteur en centrale thermique

Rapport final E.D.F.

Réf. : CNRS/1MA104-CDP 510213/10/11/03

[4] Serre I.

Contribution à l'étude des phénomènes d'usure sous frottement en milieu corrosif

Mémoire de thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique, 2000

[5] Serre I.

Tribocorrosion d'un graphite et de composites à matrice Ti6Al4V renforcé TiC en milieu marin

Rapport interne DGA - CTA 2000 R010, Diffusion Restreinte, Février 2000

[6] Celati N., Lederer G., Serre I.

Tribo-corrosion d'un acier inoxydable en milieu marin artificiel

Revue Scientifique et Technique de la Défense, n° 47, seconde partie, pp 181 - 186, 2000

[7] Serre I.

Tribocorrosion d'un graphite et de composites à matrice Ti6Al4V renforcé TiC en milieu marin artificiel

Rapport interne DGA - CTA 1999 R005, Diffusion Restreinte, Janvier 1999

[8] Lederer G., Serre I., Celati N., Pradeilles Duval R.M.

Tribocorrosion d'un acier inoxydable en milieu marin artificiel

"Comportement et protection des surfaces", Etudes amont 1998-1999, DGA/CTA, pp 55-64, 1999

[9] Serre I., Celati N., Beauprez E., Pradeilles Duval R.M.

Modélisation d'un contact plan / plan entre un graphite et du Ti6Al4V renforcé TiC : essais de tribo-corrosion anneau / disque, analyse de l'usure des matériaux

"Comportement et protection des surfaces", Etudes amont 1998-1999, DGA/CTA, pp 65-70, 1999

[10] Serre I.

Analyse de la formation du copeau en vue de son optimisation

Mémoire de DEA de procédés de fabrication, ENSAM Paris, 1997

Collaborations universitaires et industrielles

Collaborations universitaires nationales

Institut Jean Lamour, UMR CNRS 7198, Université de Nancy - Prof. M. Vilasi (dans le cadre du GdR GEDEPEON)

- Réalisation et caractérisation de dépôts pour une amélioration de la tenue de l'acier T91 en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth (2005 à 2008)
- Etude des conditions de fragilisation d'alliages Fer-Chrome en contact avec l'eutectique Plomb-Bismuth (depuis 2008)

Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux, UMR CNRS 8579 (Ecole Centrale Paris) et laboratoire des solides irradiés UMR CNRS 7642 (Ecole Polytechnique)

- Essais de Small Punch Test sur matériaux irradiés, avec T. Auger et D. Gorse dans le cadre du PIE de MEGAPIE, projet financé par le Département Chimie du CNRS et dans le cadre du 7^{ième} PCRD, GETMAT (depuis 2008)

Laboratoire d'Etude de Corrosion Non Aqueuse, CEA Saclay - dans le cadre de projets du GdR GEDEPEON

- Influence d'une pré-oxydation ou pré-dissolution due à une pré-immersion dans le LBE et à teneur en oxygène contrôlée sur le comportement en fatigue oligocyclique des aciers T91 et 316L, avec A. Terlain, F. Balbaud-Célérier, L. Martinelli (depuis 2004)
- Etude de la tenue mécanique de matériaux métalliques en contact avec le sodium liquide, avec J-L Courou et F. Balbaud-Célérier (depuis 2008)

Centre d'Etudes de Chimie Métallurgie, CECM UPR CNRS 2801, Vitry

Compréhension des mécanismes d'accélération de l'endommagement par les métaux liquides : utilisation de l'essai de Small Punch Test en métal liquide avec un contrôle de l'interface acier/métal liquide avec T. Auger dans le cadre d'un projet du GdR GEDEPEON (2006-2007)

Laboratoire de Mécanique des Solides, LMS UMR CNRS 7649 (Palaiseau) - J. Crépin
Mesure locale par microscopie à force atomique et par microscopie électronique à balayage de la déformation plastique (2004)

Laboratoire de Physique des Liquides et Electrochimie (UPR CNRS 15) - M. Keddam, H. Takenouti
Mesures d'électrochimie (2000)

Ecole Centrale Paris, LGPM - P Ponthiaux
Essais de tribocorrosion pion/disque Ti6Al4V/graphite (2000)

Collaborations universitaires internationales

Paul Scherrer Institut, PSI - Vilingen (Suisse)

Mise au point d'un dispositif d'essai de Small Punch Test en métal liquide et en cellule chaude - essais de Small Punch Test sur matériaux irradiés, avec Y. Dai dans le cadre du PIE de MEGAPIE, projet financé par le Département Chimie du CNRS et dans le cadre du 7^{ième} PCRD, GETMAT (depuis 2008)

Siberian Physical-Technical Institute à Tomsk University (Russie) - Prof. Y. Chumlyakov

Etude, pour l'acier austénitique 316L, de la fragilisation et d'un effet possible sur la plasticité dus à la présence de métal liquide : étude sur des monocristaux

Centre d'Etudes Nucléaires, CEN-SCK - Mol (Belgique)

Caractérisation microstructurale et caractérisation du comportement mécanique en présence de LBE de joints soudés 316L/T91, avec A.. Almazouzi dans le cadre du projet DEMETRA (2005 - 2006)

Contrats industriels

- Etude d'acier pour l'automobile par l'essai Small Punch Test - ARCELOR - 2007/2008 [Responsable : Prof. A. Iost]
- Low cycle fatigue behaviour of grade 23 and grade 24 steels (Creusot Loire Industries) 2003/2004 [Responsable : Prof. J-B. Vogt]
- Etude du comportement oligocyclique et fluage à chaud de matériaux de turbine et de collecteur en centrale thermique (EDF) 2001/2003 [Responsable : Prof. J-B. Vogt]

Participations à des PCRD et GdR

- GETMAT (GEn IV and Transmutation MATerials) (7^{ième} PCRD) : depuis 2008
- VELLA : Virtual European Lead Laboratory : depuis 2006
- EUROTRANS (EUROpean Research Programme for the TRANSmutation of High Level Nuclear Waste in an Accellerator Driven) : DEMETRA (DEveloppement and assessment of structural materials and heavy liquid MEtal technologies for TRANsmutation systems (6^{ième} PCRD) : depuis 2005
- MEGAPIE TEST : MEGAwatt Pilot Experiment (5^{ième} PCRD) : 2001/2004
- GdR GEDEPEON (GEstion des DEchets et Production d'Energie par des Options Nouvelles) : depuis 2003

Responsabilités collectives et administratives

- Participation au jury de thèse (co-directrice) de Daniel Salazar - Université des sciences et technologies de Lille 1, 08 Février 2008
- Participation au jury de thèse (examinatrice) d'Ibra Diop - Université Henri Poincaré de Nancy 1, 19 Décembre 2008
- Co-responsable (avec J-B. Vogt) du travail de Damien Creton, technicien au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (depuis novembre 2008)
- Membre titulaire élue de la commission de spécialistes section 33 de l'université de Lille 1 de 2004 à 2008
- Animatrice du vivier maître de conférences section 33 de l'université de Lille 1 : depuis 2009

- Expert pour la Direction Générale de la Recherche et de l'Innovation (DGRI) - depuis octobre 2008
- Membre du comité d'organisation du Forum microscopie à sonde locale 2009 organisé du 16 au 20 mars 2009 à Hardelot (Nord - Pas de Calais)
- Responsable de la composante AFM du centre commun de microscopie de Lille (depuis janvier 2010)
- Sauveteur-secouriste pour le laboratoire LMPGM (depuis fin 2003)