

50376
1983
61

N° d'ordre : 1068

50376
1983
61

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE 3^{ème} CYCLE

Spécialité Science des Matériaux

par

Jean-Bernard VOGT

INFLUENCE DE LA TENEUR EN AZOTE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIKES TYPE 18-12 HYPERTREMPS



Soutenu le 7 Juillet 1983 devant la Commission d'Examen

MM	B. ESCAIG	Président
	J. FOCT	Rapporteur
Mme	S. DEGALLAIX	Examinateur
MM	L. RIMLINGER	Examinateur
	P. RABBE	Examinateur

DOYENS HONORAIRES DE L'ANCIENNE FACULTE DES SCIENCES

MM. R. DEFRETIN, H. LEFEBVRE, M. PARREAU.

PROFESSEURS HONORAIRES DES ANCIENNES FACULTES DE DROIT
ET SCIENCES ECONOMIQUES, DES SCIENCES ET DES LETTRES

MM. ARNOULT, Mme BEAUJEU, BONTE, BROCHARD, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER,
CORSIN, DECUYPER, DEHEUVELS, DEHORS, DION, FAUVEL, FLEURY, P. GERMAIN, GLACET,
GONTIER, HEIM DE BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE,
LASSERRE, LELONG, Mme LELONG, LHOMME, LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET,
MICHEL, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUELLE, SAVARD, SCHILTZ, WATERLOT, WIEMAN,
ZAMANSKI.

PROFESSEUR EMERITE

M. A. LEBRUN.

ANCIENS PRESIDENTS DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET
TECHNIQUES DE LILLE

MM. R. DEFRETIN, M. PARREAU, J. LOMBARD, M. MIGEON.

PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
DE LILLE

M. J. CORTOIS.

PROFESSEURS - CLASSE EXCEPTIONNELLE

M. DURCHON Maurice	Biologie expérimentale
M. GABILLARD Robert	Electronique
M. HEUBEL Joseph	Chimie minérale
M. MONTREUIL Jean	Biochimie
M. PARREAU Michel	Analyse
M. TRIDOT Gabriel*	Chimie appliquée
M. VIVIER Emile	Biologie cellulaire
M. WERTHEIMER Raymond	Physique atomique et moléculaire

PROFESSEURS - 1ère CLASSE

M. BACCHUS Pierre	Astronomie
M. BEAUFILS Jean Pierre	Chimie physique
M. BIAYS Pierre	Géographie
M. BILLARD Jean	Physique du solide
M. BOILLY Bénoni	Biologie
M. BONNOT Ernest	Biologie végétale

M. BOUGHON Pierre	Algèbre
M. BOURIQUET Robert	Biologie végétale
M. CELET Paul	Géologie générale
M. CHAMLEY Hervé	Géotechnique
M. COEURE Gérard	Analyse
M. CONSTANT Eugène	Electronique
M. CORDONNIER Vincent	Informatique
M. DEBOURSE Jean Pierre	Gestion des entreprises
M. DELATTRE Charles	Géologie générale
M. ESCAIG Bertrand	Physique du solide
M. FAURE Robert	Mécanique
M. FOCT Jacques	Métallurgie
M. FOURET René	Physique du solide
M. GRANELLE Jean Jacques	Sciences économiques
M. GRUSON Laurent	Algèbre
M. GUILLAUME Jean	Microbiologie
M. HECTOR Joseph	Géométrie
M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie organique
M. LACOSTE Louis	Biologie végétale
M. LAVEINE Jean Pierre	Paléontologie
M. LEHMANN Daniel	Géométrie
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique atomique et moléculaire
M. LHOMME Jean	Chimie organique biologique
M. LOMBARD Jacques	Sociologie
M. LOUCHEUX Claude	Chimie physique
M. LUCQUIN Michel	Chimie physique
M. MAILLET Pierre	Sciences économiques
M. PAQUET Jacques	Géologie générale
M. POUZET Pierre	Analyse numérique
M. PROUVOST Jean	Minéralogie
M. SALMER Georges	Electronique
M. SEGUIER Guy	Electrotechnique
M. STANKIEWICZ François	Sciences économiques
M. TILLIEU Jacques	Physique théorique
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. ZEYTOUNIAN Radyadour	Mécanique

PROFESSEURS - 2ème CLASSE

M. AL FAKIR Sabah	Algèbre
M. ALLAMANDO Etienne	Electronique et électrotechnique
M. ANCIAN Bernard	Spectrochimie
M. ANTOINE Philippe	Analyse
M. BART André	Biologie animale
Mme BATTIAU Yvonne	Géographie
M. BEGUIN Paul	Mécanique
M. BELLET Jean	Physique atomique et moléculaire
M. BERZIN Robert	Analyse
M. BKOUCHE Rudolphe	Algèbre
M. BODARD Marcel	Biologie végétale
M. BOIVIN Jean Claude	Chimie minérale
M. BONNELLE Jean Pierre	Catalyse
M. BOSCO Denis	Probabilités
M. BOUQUELET Stéphane	Biochimie structurale
M. BRASSELET Jean Paul	Géométrie et topologie
M. BREZINSKI Claude	Analyse numérique
M. BRIDOUX Michel	Chimie physique

.../...

M. BRUYELLE Pierre	Géographie
M. CAPURON Alfred	Biologie animale
M. CARREZ Christian	Informatique
M. CHAPOTON Alain	Electronique
M. COQUERY Jean Marie	Psychophysiologie
Mme CORSIN Paule	Paléontologie
M. CORTOIS Jean	Physique nucléaire et corpusculaire
M. COUTURIER Daniel	Chimie organique
M. CRAMPON Norbert	Hydrogéologie et environnement
M. CROSNIER Yves	Electronique
Mlle DACHARRY Monique	Géographie
M. DAUCHET Max	Informatique
M. DEBRABANT Pierre	Géologie appliquée
M. DEGAUQUE Pierre	Electronique
M. DELORME Pierre	Physiologie animale
M. DEMUNTER Paul	Sociologie
M. DENEL Jacques	Informatique
M. DE PARIS Jean Claude	Analyse
M. DEPREZ Gilbert	Physique du solide et cristallographie
M. DERIEUX Jean Claude	Microbiologie
Mlle DESSAUX Odile	Spectroscopie de la réactivité chimique
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie minérale
M. DHAINAUT André	Biologie animale
Mme DHAINAUT Nicole	Biologie animale
M. DORMARD Serge	Sciences économiques
M. DOUKHAN Jean Claude	Physique du solide
M. DUBOIS Henri	Spectroscopie hertzienne
M. DUBRULLE Alain	Spectroscopie hertzienne
M. DUBUS Jean Paul	Spectrométrie des solides
M. DYMENT Arthur	Mécanique
Mme EVRARD Micheline	Chimie appliquée
M. FONTAINE Hubert	Dynamique des cristaux
M. FONTAINE Jacques	Electronique, électrotechnique, automatique
M. FOURNET Bernard	Biochimie structurale
M. FRONTIER Serge	Ecologie numérique
M. GAMBLIN André	Géographie urbaine, industrielle et démographie
M. GERVAIS Michel	Gestion
M. GLORIEUX Pierre	Physique moléculaire et rayonnements atmosphériques
M. GOBLOT Rémi	Algèbre
M. GOSSELIN Gabriel	Sociologie
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GREMY Jean Paul	Sociologie
M. GREVET Patrick	Sciences économiques
M. GUILBAULT Pierre	Physiologie animale
M. HENRY Jean Pierre	Génie mécanique
M. HERMAN Maurice	Physique spatiale
M. HOUDART René	Physique atomique et moléculaire
M. JACOB Gérard	Informatique
M. JACOB Pierre	Probabilités et statistiques
M. JACQUILLAT Bertrand	Gestion
M. JOURNEL Gérard	Spectroscopie hertzienne
M. KREMBEL Jean	Biochimie
M. LAURENT François	Automatique
Mme LECLERCQ Ginette	Catalyse
M. LEFEVRE Christian	Pétrologie
Mlle LEGRAND Denise	Algèbre
Mlle LEGRAND Solange	Algèbre

Mme LEHMANN Josiane	Analyse
M. LEMAIRE Jean	Spectroscopie hertzienne
M. LENTACKER Firmin	Géographie
M. LEROY Jean Marie	Chimie appliquée
M. LEROY Yves	Electronique, électrotechnique, automatique
M. LESENNE Jacques	Electrotechnique
M. LEVASSEUR Michel	Sciences économiques
M. LHENAFF René	Géographie
M. LOCQUENEUX Robert	Physique théorique
M. LOSFELD Joseph	Informatique
M. LOUAGE Francis	Electronique
M. MACKE Bruno	Physique moléculaire et rayonnements atmosphériques
M. MAHIEU Jean Marie	Physique atomique et moléculaire.
M. MAIZIERES Christian	Automatique
Mlle MARQUET Simone	Probabilités
M. MESMACQUE Gérard	Génie mécanique
M. MESSELYN Jean	Physique atomique et moléculaire
M. MESSERLIN Patrick	Sciences économiques
M. MIGNOT Fulbert	Analyse numérique
M. MONTEL Marc	Physique du solide
M. MONTUELLE Bernard	Biologie et biochimie appliquées
Mme N'GUYEN VAN CHI Régine	Géographie
M. NICOLE Jacques	Chimie analytique
M. NOTELET Francis	Electronique, électrotechnique, automatique
M. PARSY Fernand	Mécanique
Mlle PAUPARDIN Colette	Biologie physiologie végétales
M. PECQUE Marcel	Chimie organique
M. PERROT Pierre	Chimie appliquée
M. PERTUZON Emile	Physiologie animale
M. PETIT Francis	Chimie organique, minérale et analytique
M. PONSOLLE Louis	Chimie physique
M. PORCHET Maurice	Biologie animale
M. POVY Lucien	Automatique
M. RACZY Ladislas	Electronique
M. RAOULT Jean François	Géologie structurale
M. RICHARD Alain	Biologie animale
M. RIETSCH François	Physique des polymères
M. ROGALSKI Marc	Analyse
M. ROUSSEAU Jean Paul	Physiologie animale
M. ROY Jean Claude	Psychophysiologie
Mme SCHWARZBACH Yvette	Géométrie
M. SCHAMPS Joël	Spectroscopie moléculaire
M. SIMON Michel	Sociologie
M. SLIWA Henri	Chimie organique
M. SOMME Jean	Géographie
Mlle SPIK Geneviève	Biochimie
M. STERBOUL François	Informatique
M. TAILLIEZ Roger	Génie alimentaire
M. THERY Pierre	Electronique, électrotechnique, automatique
M. TOULOTTE Jean Marc	Automatique
M. TURREL Georges	Spectrochimie Infrarouge et Raman
M. VANDORPE Bernard	Chimie minérale
M. VAST Pierre	Chimie inorganique
M. VERBERT André	Biochimie
M. VERNET Philippe	Généétique
M. VILETTE Michel	Résistance des matériaux
M. WALLART Francis	Spectrochimie Infrarouge et Raman
M. WARTEL Michel	Chimie inorganique

M. WATERLOT Michel
M. WERNER Georges
M. WOSNIAK Michel
Mme ZINN JUSTIN Nicole

Géologie générale
Informatique fondamentale appliquée
Hydrométallurgie
Algèbre

Les recherches qui ont abouti à la rédaction de cette thèse ont été effectuées au Laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université des Sciences et Techniques de Lille sous la direction de Monsieur le Professeur J. FOCT à qui je tiens à exprimer ma plus profonde gratitude pour ses réflexions, ses conseils et l'intérêt continu qu'il a porté à nos expériences.

J'exprime également ma profonde gratitude à Monsieur RABBE, Directeur du Centre de Recherche d'Unieux de Creusot-Loire qui a constamment suivi nos travaux et nous a apporté une aide matérielle appréciable.

Je remercie Monsieur le Professeur B. ESCAIG d'avoir accepté d'être Président du Jury.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur L. RIMLINGER, Professeur à l'Université de Reims qui m'a fait l'honneur de juger ce travail.

C'est un plaisir pour moi de remercier Madame S. DEGALLAIX qui m'a fait bénéficier de sa culture et son expérience dans l'étude des phénomènes de fatigue.

Je voudrais remercier également les membres du Laboratoire de Métallurgie Physique qui m'ont apporté leur aide ou simplement leur sympathie.

Je pense plus particulièrement à :

- . G. DEGALLAIX pour sa compétence dans le domaine de la fatigue à chaud.
- . P. et A. BASTOUL pour leur collaboration.
- . L. ANDRIES pour la minutie apportée lors de l'usinage des pièces mécaniques.
- . A. OLIVIER pour le soin et la diligence accordés à la présentation de ce mémoire.
- . Mme SAINLEGER pour avoir mené à bien l'impression de cette thèse.

P L A N

	Pages
INTRODUCTION	1
PRINCIPALES NOTATIONS	5
CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES A L'AZOTE	7
1.1. Propriétés métallurgiques des aciers à l'azote	9
1.2. Influence de l'azote sur les propriétés physiques	16
1.3. Influence de l'azote sur les propriétés mécaniques de traction	18
1.4. Influence de l'azote sur les propriétés de fluage	21
1.5. Influence de l'azote sur la rupture par choc	26
1.6. Conclusion générale concernant l'influence del'azote	28
CHAPITRE II : FATIGUE PLASTIQUE OLIGOCYCLIQUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES TYPE 18-12	31
2.1. Comportement à température ambiante	33
2.2. Influence de la température	36
2.3. Influence dela vitesse de défor- mation et de la forme du signal	39
2.4. Influence d'un temps de maintien: interaction fatigue-fluage	41
2.5. Conclusion	44

CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX	45
3.1. Matériaux étudiés	47
3.1.1. Désignation et identification	47
3.1.2. Compositions chimiques	48
3.1.3. Micrographies	49
3.1.4. Paramètres de maille	49
3.2. Conditions expérimentales	52
3.2.1. Conditions des essais	52
3.2.2. Programme des essais	54
3.2.3. Paramètres mesurés	54
3.3. Résultats d'essais	56
3.3.1. Résultats des essais de traction	56
3.3.2. Résultats des essais de fatigue oligocyclique	57
3.3.3. Consolidation	60
3.3.4. Résistance à la fatigue	71
 CHAPITRE IV : DISCUSSION DES RESULTATS	 73
4.1. Traction monotone	75
4.1.1. Influence des interstitiels	75
4.1.2. Influence d'un vieillissement	78
4.2. Fatigue oligocyclique	79
4.2.1. Influence du carbone	79
4.2.2. Influence de l'azote	82
4.2.3. Faciès de rupture	89
4.2.4. Aspects microstructuraux de la déformation	90
4.2.5. Influence d'un vieillissement	94
4.3. Loi d'endommagement tenant compte de la variation de déformation plastique et de la teneur en azote	99
4.3.1. Position du problème	99
4.3.2. Loi de résistance à la fatigue oligocyclique en fonction de X	100

4.3.3. Comparaison entre les valeurs N_R calculées par la relation proposée avec celles calculées par la loi de Manson-Coffin et les valeurs expérimentales	102
4.4. Comparaison des résultats expérimentaux obtenus avec ceux d'un acier à 0,38 % N	107
4.4.1. Matériau étudié et essais réalisés	107
4.4.2. Résultats d'essais et discussion	108
4.5. Conclusion	113
CONCLUSION GENERALE	116
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	122
ANNEXE : MISE AU POINT D'UN MONTAGE EXPERIMENTAL D'ESSAIS DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A HAUTE TEMPERATURE	131
A.1. Description du montage	133
A.1.1. Machine utilisée	133
A.1.2. Eprouvette	133
A.1.3. Amarrage de l'éprouvette	133
A.1.4. Extensométrie	137
A.1.5. Chauffage	137
A.2. Etalonnage du four	140
A.3. Essais de fatigue oligocyclique à 600°	141
A.3.1. Matériau testé	141
A.3.2. Conditions d'essais	141
A.3.3. Résultats d'essais	141
A.4. Conclusion	147

I N T R O D U C T I O N

Tant en aéronautique que dans l'industrie nucléaire, les conditions de sécurité et les modes de sollicitation mécanique entraînent deux types de conséquences au niveau du choix des matériaux :

- matériaux tout à fait nouveaux

- matériaux plus traditionnels mais améliorés par des modifications des conditions d'élaboration.

C'est dans cette seconde situation que nous situons le sujet de ce travail puisqu'il s'agit d'étudier l'influence de l'azote sur la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers austénitiques inoxydables.

Les aciers inoxydables au chrome-nickel ont été progressivement remplacés par des aciers au chrome-nickel-molybdène car bien que certaines de ces nuances, grâce à leur faible teneur en carbone soient à l'abri du risque de corrosion intergranulaire, la nuance au molybdène leur permet d'être employée dans divers milieux acides.

Cependant, compte tenu des éléments d'alliage qui les composent (nickel, chrome), leur prix de revient est assez élevé. Or il existe d'autres éléments moins onéreux susceptibles d'améliorer les propriétés mécaniques (limite élastique, charge à rupture...).

Si le carbone a longtemps été utilisé dans ce but, son emploi est déconseillé pour certaines applications à cause des risques de corrosion.

L'azote, élément voisin du carbone présente moins d'inconvénients vis-à-vis de la corrosion. De plus, les problèmes d'élaboration et de soudabilité semblent maintenant résolus.

Le chapitre premier est consacré à une étude bibliographique de l'effet de l'azote sur les propriétés métallurgiques et mécaniques des aciers inoxydables austénitiques. Les essais mécaniques les plus classiques sont étudiés (traction monotone, fluage, résilience) mais nous avons constaté que bien peu d'études traitent de l'influence de l'azote sur la fatigue. C'est dans cette optique que nous avons entrepris avec la Société CREUSOT-LOIRE des études en fatigue oligocyclique sur des aciers inoxydables austénitiques type 18-12 hypereux.

Cette classe d'aciers dépourvus d'azote a déjà fait l'objet de nombreuses études en fatigue oligocyclique. C'est pourquoi nous avons réservé un second chapitre bibliographique à la fatigue oligocyclique des aciers type 316 L.

Dans le chapitre III, nous décrivons les méthodes expérimentales et les matériaux utilisés. Nous disposons d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 à 0,03 % - 0,07 % - 0,08 % - 0,12 % et 0,25 % d'azote. Nous rassemblons dans ce chapitre tous les résultats expérimentaux.

La discussion de ces résultats est développée dans le chapitre IV. Nous mettons en évidence le rôle bénéfique de l'azote en traction monotone et en fatigue oligocyclique. Nous proposons une loi de résistance à la fatigue oligocyclique qui tient compte à la fois de la teneur en azote et de la déformation plastique.

Les prolongements et travaux complémentaires de notre étude sont exposés dans un chapitre de conclusion générale.

Nous présentons en annexe le dispositif expérimental destiné aux essais à 600°C et quelques résultats obtenus à cette température.

PRINCIPALES NOTATIONS

- $Re_{0,02 \%}$: limite élastique à 0,02 % de déformation plastique
- $Re_{0,2 \%}$: limite élastique à 0,2 % de déformation plastique
- E : module d'YOUNG
- R_m : charge à rupture
- Σ : coefficient de striction

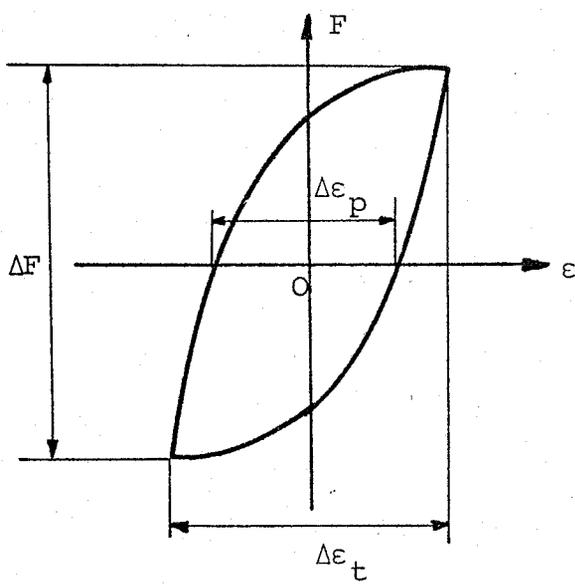
- R_ϵ : $\frac{\epsilon_{\text{mini}}}{\epsilon_{\text{maxi}}} =$ rapport de déformation

- $\dot{\epsilon}_t$: vitesse de déformation totale
- $\Delta\epsilon_e$: variation de déformation élastique
- $\Delta\epsilon_p$: variation de déformation plastique
- $\Delta\epsilon_t$: variation de déformation totale
- ΔF : variation de charge

- $\Delta\sigma$: $\frac{\Delta F}{S_0} =$ variation de contrainte
- σ_a : $\frac{\Delta\sigma}{2} =$ amplitude de contrainte
- ϵ_a : $\frac{\Delta\epsilon}{2} =$ amplitude de déformation

- N_R : nombre de cycles à rupture

valeurs au cycle stabilisé conventionnel



cycle stabilisé conventionnel : 20 % N_R

C H A P I T R E I

LES ACIERS INOXYDABLES A L'AZOTE

Dans ce chapitre, nous revenons sur quelques propriétés bien connues des aciers inoxydables austénitiques en précisant le rôle que jouent les interstitiels, et en particulier l'azote. Les interactions dislocations-interstitiels et dislocations-carbures ou nitrures étant importantes, on peut s'attendre à une influence considérable de l'azote sur les propriétés mécaniques.

Ce sont précisément ces effets que nous allons décrire à partir de travaux les bien plus connus.

1.1. PROPRIETES METALLURGIQUES DES ACIERS A L'AZOTE

Il est habituel de classer les aciers inoxydables (aciers à teneur en chrome ≥ 12 %) en 3 grandes familles : martensitiques, ferritiques et austénitiques.

Le chrome est l'élément d'alliage qui confère l'inoxidabilité.

Les aciers martensitiques (aciers à teneur en carbone comprise entre 0,1 % et 1 % et à teneur en chrome comprise entre 12 % et 18 %) sont aptes à prendre la trempe mais sont peu ductiles. Leur résistance à la corrosion est une fonction croissante de la teneur en chrome mais n'est pas très bonne sauf en milieu atmosphérique et dans des solutions peu agressives.

Les aciers ferritiques (aciers contenant jusqu'à 0,35 % de carbone et à teneur en chrome comprise entre 15 % et 30 %) ont une résistance satisfaisante à la corrosion en milieu atmosphérique et aqueux (sauf lorsque l'atmosphère est fortement agressive) mais leurs caractéristiques mécaniques aux très basses températures et aux températures élevées sont moyennes.

Par ailleurs, l'azote comme le carbone est un élément gamma-gène comme le montre le diagramme fer-azote (Fig. 1-3).

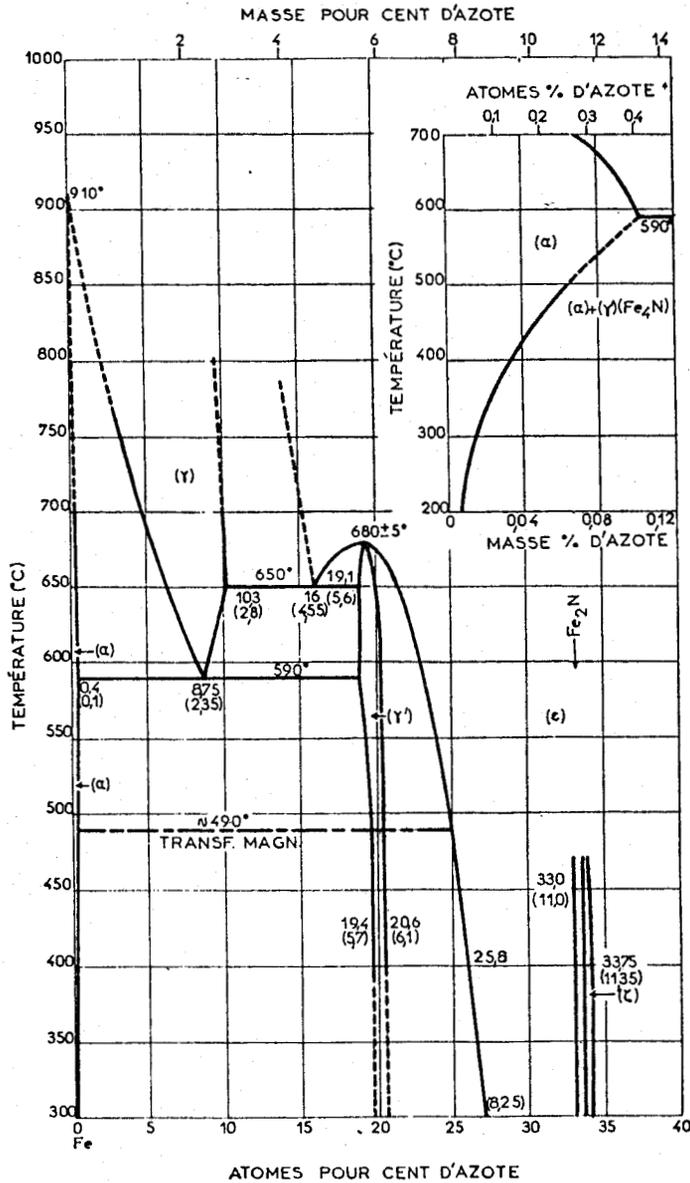


FIGURE 1-3
Diagramme Fe-N d'après [2]

Pour un acier austénitique à 18 % Cr, l'azote a un effet austénitisant par pourcent atomique environ 25 fois plus puissant que le nickel [3]. Ainsi il est possible de diminuer la concentration en nickel si on augmente la teneur en azote.

Comme le montre la figure 1-4, l'addition de 0,1 % massique d'azote dans un acier contenant 0,1 % C - 20 % Cr - 0,15 % N permet de réduire une quantité de nickel de 1 % [1].

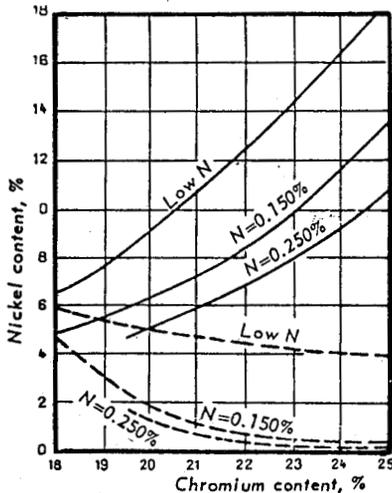


FIGURE 1-4 [1]

- Effet d'addition d'azote sur les limites de phase austénite-ferrite
- . austénite au dessus des courbes continues
 - . martensite ou martensite + ferrite en-dessous des courbes pointillées
 - . austénite+ferrite dans la région intermédiaire

Mais l'azote présente une solubilité dans le fer limitée, estimée à environ 0,28 % à 1050°C pour un acier 18-10 [4]. Cependant, par addition de manganèse, il est possible d'accroître cette solubilité [5] : à titre indicatif, l'enthalpie de formation des nitrures de manganèse Mn_4N est de - 30 kcal/mole alors que celle du nitrure de fer correspondant Fe_4N n'est que de - 2,6 kcal/mole.

L'introduction massive d'azote offre la possibilité également d'abaisser la température de transformation (M_s) austénite \rightarrow martensite ainsi que la température M_{d30} correspondant à une production de 50 % de martensite à partir d'austénite sous l'action d'une déformation vraie de 30 %.

Les deux températures sont mises en équation de la manière suivante [6] :

$$M_s \quad (^\circ C) = 502 - 810 (C) - 1230 (N) - 13 (Mn) - 30 (Ni) - 12 (Cr) - 54 (Cu) - 46 (Mo)$$

$$M_{d30} \quad (^\circ C) = 497 - 462 (C+N) - 9,2 (Ni) - 8,1 (Mn) - 13,7 (Cr) - 20 (Ni) - 18,5 (Mo).$$

D'après ces relations, si l'azote a le même effet que le carbone sur M_{d30} , son action sur M_s est 1,5 fois plus puissante.

Les aciers, portés à des températures élevées (1050°C à 1200°C) puis refroidis brusquement à l'eau voient leurs éléments d'alliage se placer en solution solide d'insertion (C, N, O) ou de substitution (Mo, Cr, Ni, Nb...). Après ce traitement de mise en solution, ces éléments précipitent au cours d'un recuit.

Les courbes de précipitation pour un acier inoxydable type Z2 CND 17-12 mettent en évidence [7] la présence des carbures $M_{23}C_6$ (qui précipitent aux joints de grains et aux joints de macles [8]) et M_6C , de nitrures Cr_2N et de phases intermétalliques σ , χ , η (ou laves) (Fig. 1-5).

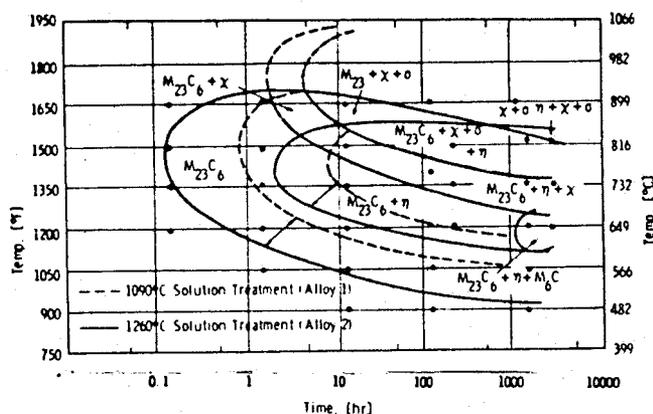


FIGURE 1-5

Courbes de précipitation temps-température de l'alliage Z2 CND 17-12 hypertrempé [7]

Par maintien isotherme de longue durée à 650°C (jusque $2 \cdot 10^4$ heures) TÜMA et coll. [9] étudient les changements de phases dans les aciers austénitiques du type 16 Cr - 14 Ni - 2,5 Mo en fonction de la teneur en azote et pour une teneur en carbone de 0,03 % ou 0,06 %. Ils obtiennent les courbes d'évolution des précipités suivantes (Fig. 1-6 à 1-10).

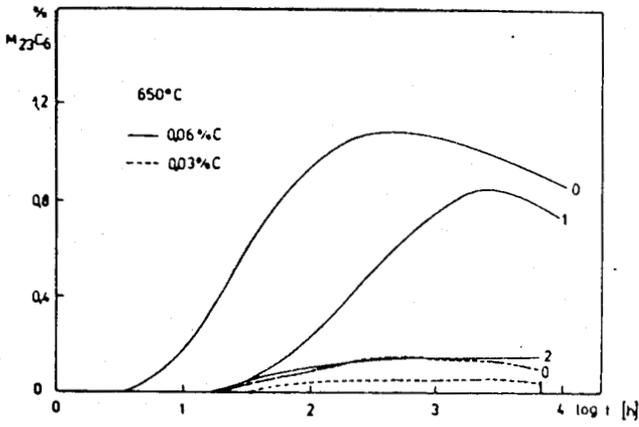


FIGURE 1-6

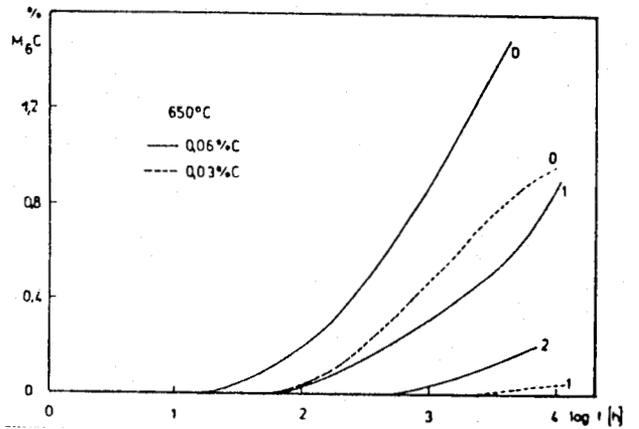


FIGURE 1-7

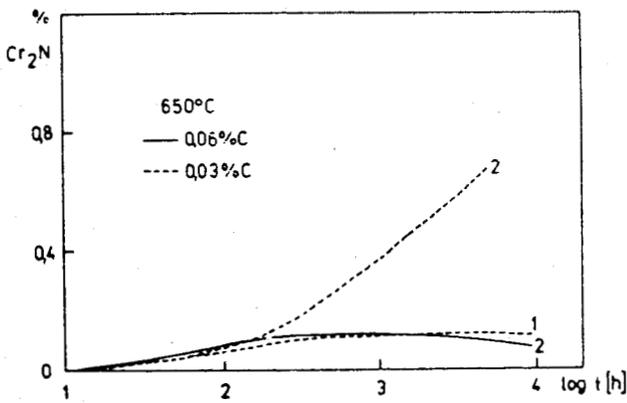


FIGURE 1-8

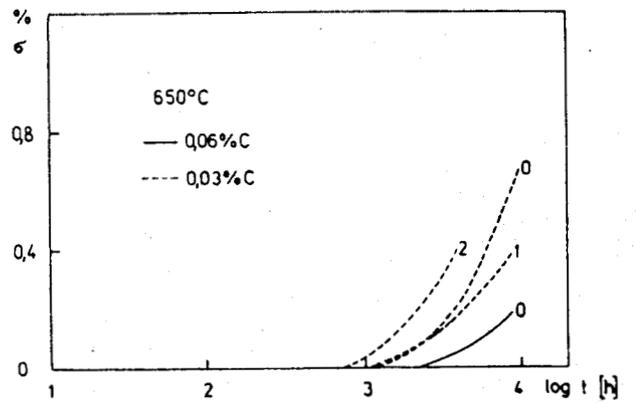


FIGURE 1-9

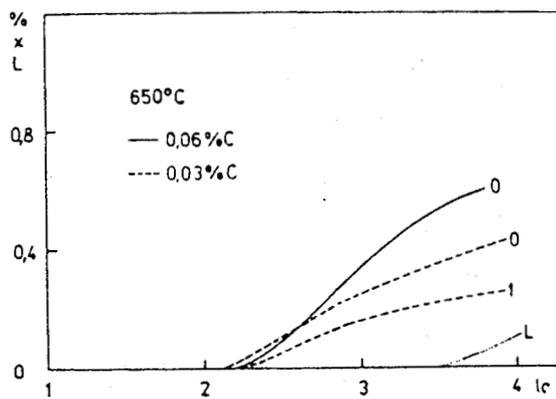


FIGURE 1-10



Courbes d'évolution des précipités de $M_{23}C_6$, M_6C , Cr_2N , σ , χ et η
 0 : sans azote 1 : 0,1 % d'azote 2 : 0,2 % d'azote | 9 |

D'une manière générale, l'azote ralentit la formation de carbures ($M_{23}C_6$ et M_6C) et le carbone ralentit la formation de nitrures, ces 2 éléments agissant, d'après ces auteurs sur la vitesse de diffusion du chrome.

L'azote ralentit la formation de particules de phase χ et le carbone l'accélère si toutefois ils sont présents sous forme d'interstitiels. En revanche, si la précipitation de la phase σ semble être freinée par la présence de carbone, elle serait insensible à la présence d'azote.

Cependant, PROTIVA et coll. [10] sur un ensemble de 23 coulées d'acier austénitique ($0,015 < C < 0,06$; $13,3 < Cr < 16,5$; $12 < Ni < 18$; $1,3 < Mo < 2,5$) ne trouvent pas de phase σ dans tout l'ensemble des coulées de laboratoire après maintien de 10 h à 20 000 h pour des températures comprises entre $550^\circ C$ et $700^\circ C$, alors qu'elle était présente dans des coulées de production industrielle après un maintien de 5 000 h. Ils attribuent donc cette différence à la présence d'azote décelée dans les coulées de laboratoire (0,09 % à 0,12 %).

De même, dans un alliage 25 % Cr - 28 % Ni à teneur en carbone élevée (0,1 %) et à diverses teneurs en azote (0,22 % et 0,31 %), TANAKA et coll. [11] observent la présence de particules de phase σ dans la nuance à 0,21 % à toute température depuis $700^\circ C$ jusqu'à $950^\circ C$ et en quantité croissante avec la température de vieillissement, alors que dans la nuance à 0,31 % ces particules ne sont présentes qu'en faible quantité et qu'après 5 500 heures de vieillissement à $800^\circ C$ (les 2 nuances considérées ont sensiblement la même teneur en carbone).

Il est établi [12] que les particules de phase précipitent aux joints de grain et sont très fragilisantes. L'action inhibitrice ou accélératrice de l'azote sur la formation de phase σ aura donc une conséquence néfaste ou favorable sur les caractéristiques d'essais mécaniques, et en particulier en résilience.

1.2. INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES PHYSIQUES

KIKUCHI et coll. [13] ont mesuré les paramètres de maille d'aciers austénitiques à 25 % Cr - 28 % Ni et à 25 % Cr - 28 % Ni - 2 % Mo par rayons X à l'aide de la méthode de Debye-Scherrer en fonction de la teneur en interstitiels d'azote.

Pour ces deux alliages, les paramètres de maille sont des fonctions linéaires de la teneur en azote de même pente (Fig. 1-11).

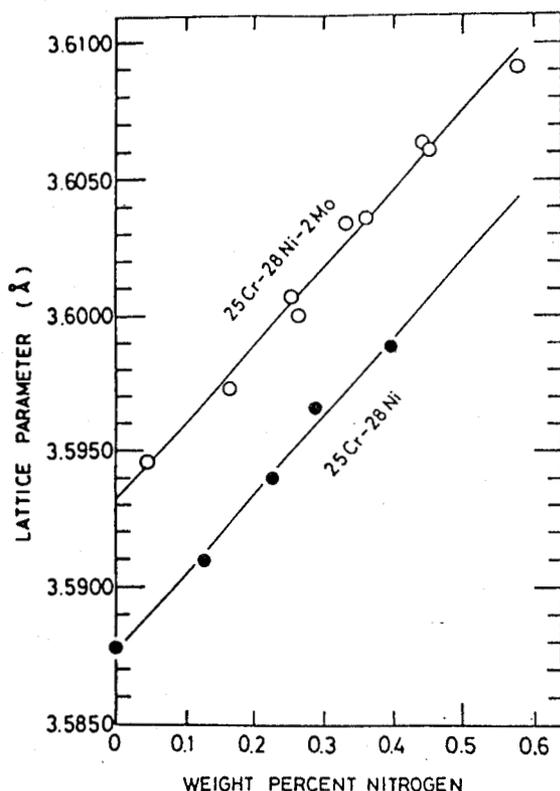


FIGURE 1-11

Evolution du paramètre de maille des aciers 25 Cr - 28 Ni et 25 Cr - 28 Ni - 2 Mo en fonction de la teneur en azote interstitiel [13]

Leur conclusion est identique concernant l'effet du carbone. Ils sont en accord avec les travaux de TANAKA et MIURA et TANAKA et WAKITA.

TANAKA et SUZUKI expriment la variation du paramètre de maille en fonction de la teneur en interstitiels sans différencier l'azote du carbone.

JACK [14], sur des aciers austénitiques à teneur comprise entre 0 et 2,33 % en poids observe également une dilatation du réseau mais note cependant que la variation du paramètre de maille en fonction de la concentration massique ou atomique en azote n'est pas strictement linéaire.

Compte tenu de la dilatation du réseau par l'addition d'interstitiels, on peut se demander si des constantes physiques telles que module d'Young, module de cisaillement et coefficient de Poisson évoluent.

Ces paramètres sont mesurés par LEDBETTER [15] sur 6 aciers inoxydables austénitiques à diverses teneurs en azote. Il ne constate pas d'évolution claire de ces coefficients avec la teneur en azote à température ambiante.

Un effet important de l'azote est de diminuer l'énergie de défaut d'empilement des aciers inoxydables austénitiques. Pour un alliage 21 % Cr - 6 % Ni - 9 % Mn, l'énergie de défaut d'empilement [16] chute brutalement quand on passe de la nuance à 0,21 % à la nuance à 0,24 % d'azote puis se stabilise à ce niveau pour des teneurs en azote plus élevées (Fig. 1-12).

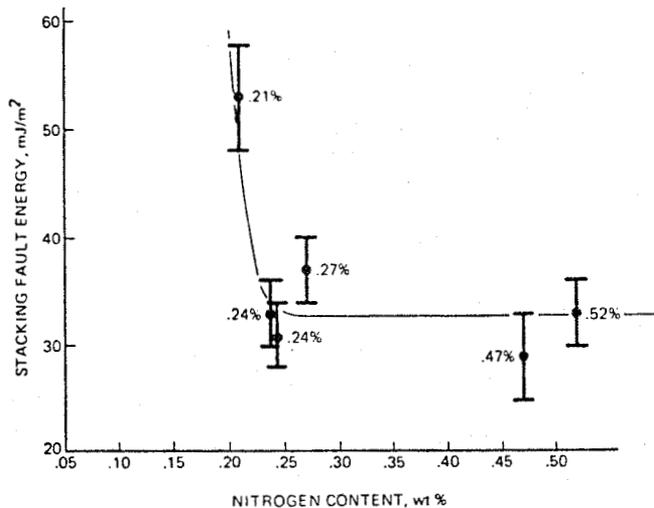


FIGURE 1-12

Energie de défaut d'empilement fonction de la teneur en azote [16]

Cet effet est différent avec le carbone, qui augmente l'énergie de défaut d'empilement suivant la formule :

$$\text{EDE (mJ/M}^2\text{)} = 4 + 1,8(\% \text{ Ni}) - 0,2(\% \text{ Cr}) + 410(\% \text{ C})$$

d'après BROFMAN et coll. |17|

mais seulement suivant la formule :

$$\text{EDE (mJ/M}^2\text{)} = 16,7 + 2,1(\% \text{ Ni}) - 0,9(\% \text{ Cr}) + 26(\% \text{ C})$$

d'après SCHRAMM et coll. |18|..

Or d'après STRUDEL |19|, une diminution de l'énergie de défaut d'empilement procure une augmentation du taux de durcissement sans pour autant sacrifier la ductilité. On peut donc s'attendre à voir une influence sensible de l'azote sur les propriétés mécaniques.

1.3. INFLUENCE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DE TRACTION

Les caractéristiques mécaniques de traction ont été les premières étudiées où l'effet bénéfique de l'azote est mis en évidence.

De nombreux essais ont déjà été effectués en traction monotone et les résultats ont été rassemblés par GUNIA et WOODROW |20|.

Comme on peut le prévoir, ces études ont montré qu'une augmentation de la teneur en azote augmente la limite élastique et la charge à rupture mais que cette amélioration est sensible à la température.

L'augmentation de la limite élastique à température ambiante est de l'ordre de 10 % pour une addition d'une quantité de 0,10 - 0,16 % d'azote (Westinghouse Electric Company) dans un alliage type 18-8. Pourtant, IRVINE et coll. |21|, en étudiant le durcissement des aciers inoxydables austénitiques type 18-8, 18-12 et 18-25 montrent qu'il faut multiplier par un facteur d'environ 1,6 la limite élastique à 0,2 % pour une addition de 0,25 % d'azote. L'azote augmente de même la charge à rupture mais plus modérément, entraînant une faible réduction de la ductilité.

Ils attribuent ce durcissement à un durcissement par solution solide d'interstitiels. Ce durcissement est encore plus efficace qu'avec le carbone, lui-même plus efficace que tous les éléments d'alliage de substitution [21].

(Fig. 1-13).

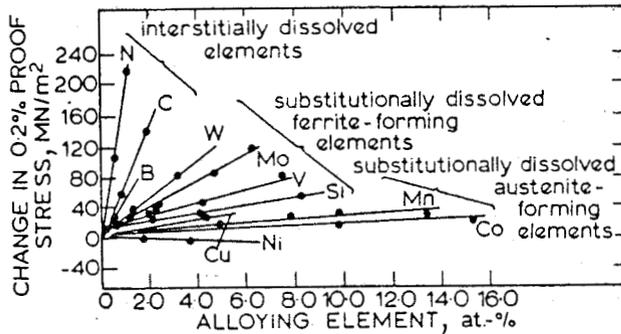


FIGURE 1-13

Effet de durcissement par solution solide dans les austénitiques [21]

PICKERING [22] propose une relation liant limite élastique et charge à rupture à la composition chimique, taille de grain (d en mm) proportion de ferrite δ et espace-ment entre macles (t en mm) :

. pour la limite élastique :

$$R_{e 0,2 \%} \text{ (MPa)} = 15,4 \{ 4,4 + 23(C) + 32(N) + 2,6(Nb) + 1,3(Si) + 0,24(Cr) + 0,94(Mo) + 1,2(V) + 0,29(W) + 1,7(Ti) + 0,82(Al) + 0,16(\delta) + 0,46 d^{-1/2} \}$$

. pour la charge à rupture :

$$R_m \text{ (MPa)} = 15,4 \{ 29 + 35(C) + 55(N) + 5(Nb) + 2,4(Si) + 0,11(Ni) + 1,2(Mo) + 3,0(Ti) + 1,2(Al) + 0,14(\delta) + 0,82 t^{-1/2} \}$$

A température plus élevée (jusque 650°C environ), la limite élastique augmente encore avec la teneur en azote mais moins intensément qu'à température ambiante [23,24].

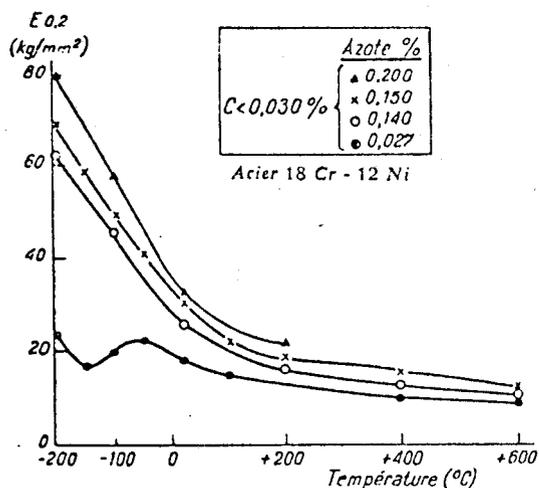


FIGURE 1-14

Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température |24|

BOURRAT et coll. |25| attribuent la chute de limite d'élasticité de tels aciers inoxydables austénitiques avec la température à une mobilité accrue de l'azote atomique qui réduit l'entrave aux mouvements des dislocations.

Ces résultats se recourent avec ceux de GOODELL et coll. |26| qui prennent en considération l'effet de taille de grain en plus de l'effet de l'azote. Ils aboutissent à une relation type PETCH HALL (Fig. 1-15).

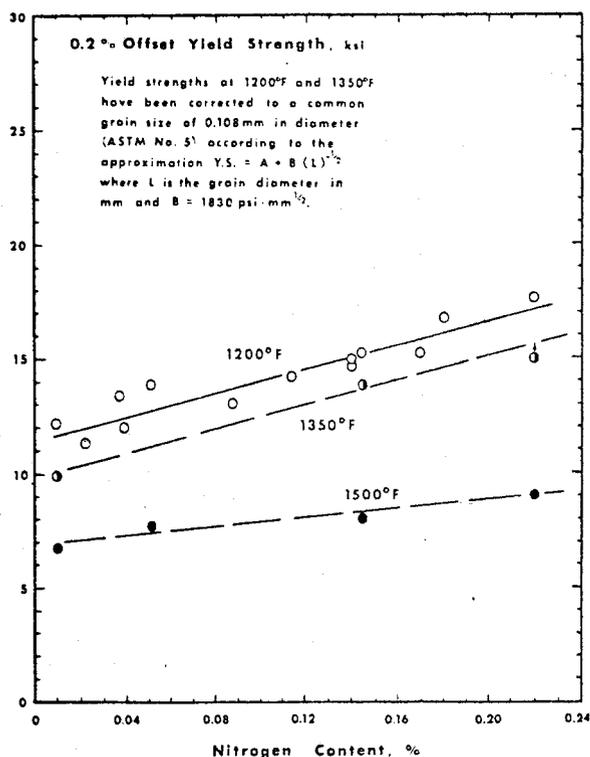


FIGURE 1-15

Influence de l'azote et de la température sur la limite élastique |26|

NORSTROM |27| tient compte également de l'effet combiné de l'azote, de la taille de grain et de la température en étudiant un acier type 316 L mais conclut que l'effet total de l'azote sur la limite élastique est composé de 2 contributions :

- l'une indépendante de la taille de grain qui est fortement activée thermiquement dans l'intervalle de température 20°C - 600°C : σ_N^i et pouvant être attribué à un véritable durcissement par solution solide.

- l'autre, fonction de la taille de grain (se traduisant par une augmentation du coefficient de taille de grain dans la relation de PETCH-HALL) dépend de la teneur en azote mais pas de la température : σ_N^D (Fig. 1-16).

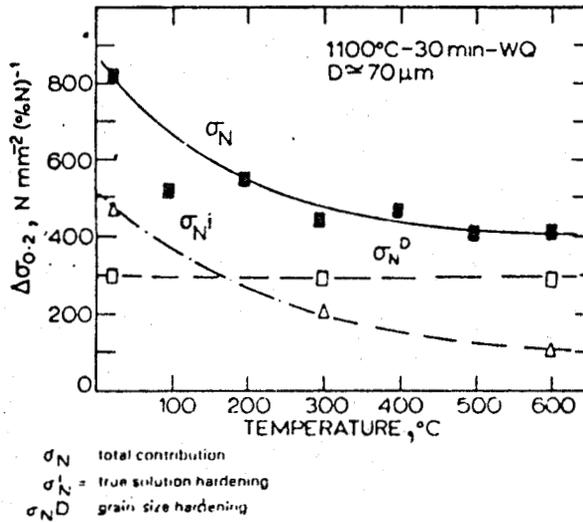


FIGURE 1-16

Diverses contributions à l'évolution de la limite élastique ramenée à l'unité de teneur en azote en fonction de la température [27]

1.3. INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES DE FLUAGE

Les aciers inoxydables austénitiques au chrome-nickel (type 18-12) grâce à leur bonne résistance à l'oxydation sont utilisés à haute température, où le fluage apparaît de manière significative. Ces aciers présentent une bonne résistance au fluage. Cependant une amélioration de cette propriété peut avoir lieu moyennant l'addition d'éléments d'alliage en particulier le molybdène, le bore et l'azote.

DOMIS [22] fait une comparaison entre les aciers type 304 (Z6 CN 18-12) et 316 (Z6 CND 17-12) et les aciers 304 N (nuance 304 à l'azote) et 316 N (nuance 316 à l'azote) respectivement sur des essais de fluage à 565°C, 650°C, 730°C et 815°C. Il observe une nette amélioration de la résistance au fluage et de la durée de vie lorsque la teneur en azote augmente.

La contrainte à fournir, pour allonger par fluage l'alliage type 316 à la vitesse $0,001 \% \cdot h^{-1}$ à 650°C est de 103 MPa pour la nuance à 0,065 % d'azote de 117 MPa pour la nuance à 0,13 % d'azote et de 179 MPa pour la nuance à 0,20 % d'azote.

Pour l'alliage type 304, les contraintes à rupture en 1000 ou 10 000 heures augmentent avec la teneur en azote aux 2 niveaux de température étudiés (650°C, 730°C) mais aux dépens d'une baisse de ductilité alors qu'elle est beaucoup moins évidente pour l'acier type 316.

Ces résultats sont confirmés par NEEDHAM et coll. [29] à 650°C et 700°C qui étudient les effets des éléments résiduels sur les propriétés à température élevée d'aciers résistants au fluage.

Ils proposent une loi paramétrique donnant la contrainte à rupture (MPa) en 10 000 heures en fonction des éléments d'alliage pour l'acier type 316 :

$$\text{à } 650^{\circ}\text{C} : R_s = 173,8 + 7243(B) + 961,1(N) + 1145(S) - 7,5(Cr)$$

$$\text{à } 700^{\circ}\text{C} : R_s = 123,8 + 2930(B) + 336,5(N) - 4,4(Cr)$$

Ils expliquent ce gain en durée de vie par un affinement des précipités par l'azote, la durée de vie étant inversement proportionnelle à la taille des précipités. Cependant, dans un acier type 316, l'azote se trouve en solution solide d'insertion ou sous forme de très fins précipités jusque environ 0,16 % [30,31].

En outre, l'azote ralentirait la formation de ferrite et de phase σ , cette tendance étant également soulignée par TANAKA [11] et PROTIVA [10] sur d'autres aciers.

Cependant, GERLACH et coll. [32] , sur un acier type 304, trouvent une valeur de la teneur en azote au-dessus de laquelle la courbe rupture de fluage pour 1000 heures - teneur en azote présente un coude ce qui traduirait l'existence d'une teneur optimale en azote (Fig. 1-17).

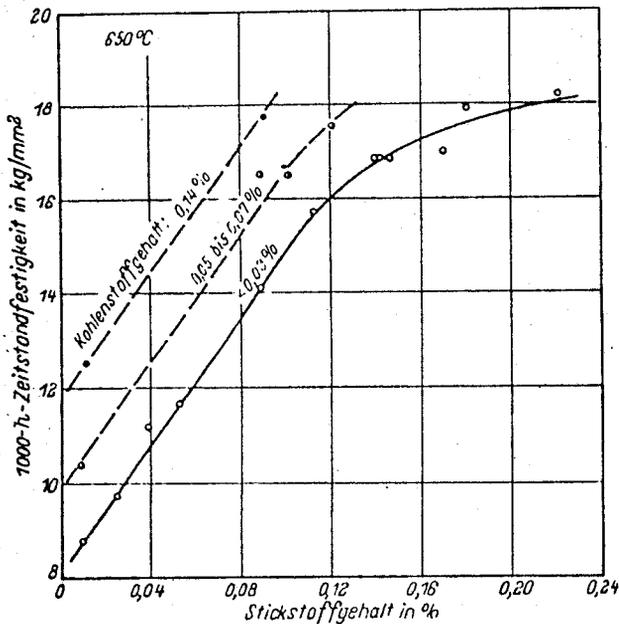


FIGURE 1-17
Influence de l'azote sur la contrainte de rupture au fluage en 1000 h pour un acier type 304 [32]

De même, cette stabilisation s'explique par les observations de OKAMOTO [33] sur un acier 18 Cr - 17 Ni : au-dessus de 0,32 % d'azote, la formation de lamelles de nitrures provoque une chute de la contrainte à rupture.

KAWABE et coll. [34] réalisent des essais de fluage à haute température sur un acier 18 Cr - 12 Ni - 0,2 C pour mettre en évidence le rôle de l'azote et du molybdène. Ils étudient alors l'évolution de la contrainte en fluage pour produire une rupture en 10, 100 et 1000 heures (Fig. 1-18).

En présence de molybdène, l'azote augmente la résistance au fluage quelle que soit la température. Ce gain est encore plus prononcé avec l'augmentation de la température d'essai (courbes A-4 et A-6).

En revanche, en absence de molybdène, l'azote augmente continuellement la résistance au fluage jusque 650°C. Au-delà, l'azote a un effet néfaste sur la résistance au fluage; cet effet apparaît d'autant plus rapidement que la température est élevée (Courbes A-1 et A-3).

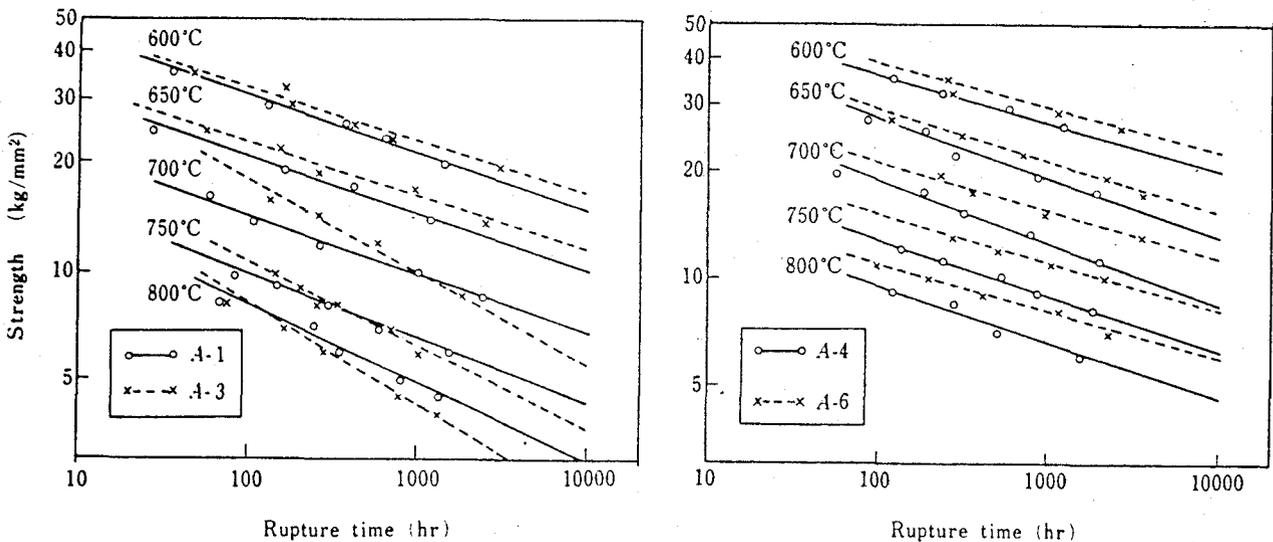


FIGURE 1-18

Effet d'élément d'alliage sur la résistance au fluage [34]

A-1 : 0,018 % N

A-4 : 0,016 % N + 3,01 % Mo

A-3 : 0,126 % N

A-6 : 0,140 % N + 2,96 % Mo

Le mécanisme de durcissement par l'azote seul est dû à un effet de solution solide d'insertion. L'affaiblissement de ce durcissement est attribué à l'appauvrissement de la matrice en azote.

Le mécanisme de durcissement par le molybdène seul est dû à un effet de durcissement par solution solide de substitution, à des effets d'ordre et à la faible mobilité de cet élément d'alliage.

L'action de l'azote et du molybdène réunis est plus importante que la somme des effets de ces 2 éléments pris séparément. L'interaction bénéfique d'alliage (N + Mo) semble être due à un durcissement par précipitation Cr-Mo-N_x en cours de fluage.

MERCIER [24] étudie sur des aciers type 18-8 l'effet de l'azote et du bore de la même façon que KAWABE l'a fait pour l'azote et le molybdène. Il est bien connu que le bore a une action bénéfique sur la résistance au fluage aussi intensément que le bore à 650°C mais beaucoup plus à 700°C.

Au contraire de l'association Azote Molybdène, l'action combinée de l'azote et du bore n'est que cumulative (Fig. 1-19).

L'amélioration de la ductilité associée à la présence du bore est encore conservée en présence d'azote, voire amplifiée (Fig. 1-20).

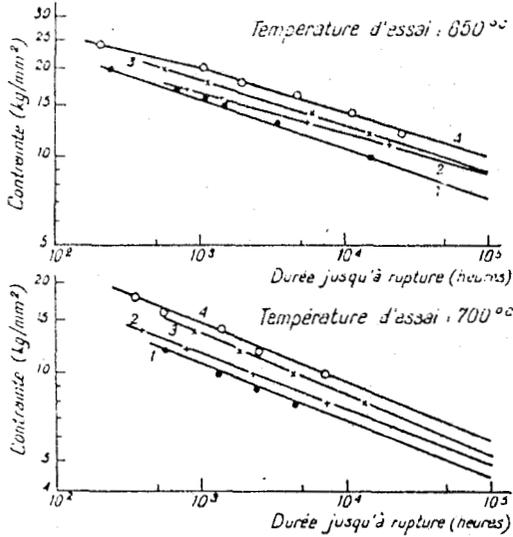


FIGURE 1-19

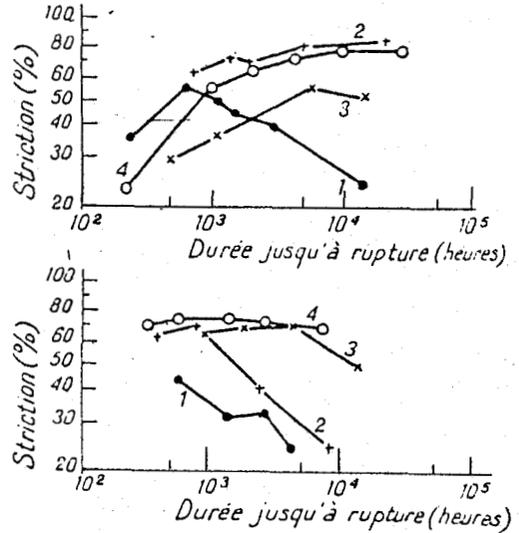


FIGURE 1-20

Résistance au fluage : 1 coulée témoin - 2 coulée au bore - 3 coulée à l'azote - 4 coulée au bore - azote [24]

Enfin, LILJESTRAND et coll. [35] s'intéressent à l'influence du vanadium et de l'azote sur le comportement en fluage à 650°C et 700°C de 2 nuances d'aciers type 316 L dont l'une est à rapport $|V|/|N| = 1$.

Ils montrent que lorsque la teneur en interstitiels augmente (principalement l'azote), la vitesse de fluage diminue (Fig. 1-21, courbes 3 et 4).

A teneur égale en azote (courbes 1 et 3), l'acier contenant du vanadium (0,41 %) présente une vitesse de fluage plus faible que celui exempt de vanadium. Mais ce qui apparaît comme déterminant n'est pas la somme des quantités vanadium plus azote mais le rapport $|V|/|N|$, stoechiométrie des précipités de nitrures de vanadium. La vitesse de fluage de l'acier à rapport stoechiométrique (acier A) est plus faible que celle de l'acier à rapport non stoechiométrique (acier B), qui présente une quantité de précipités de nitrures de vanadium pourtant plus importante (courbes 1 et 2).

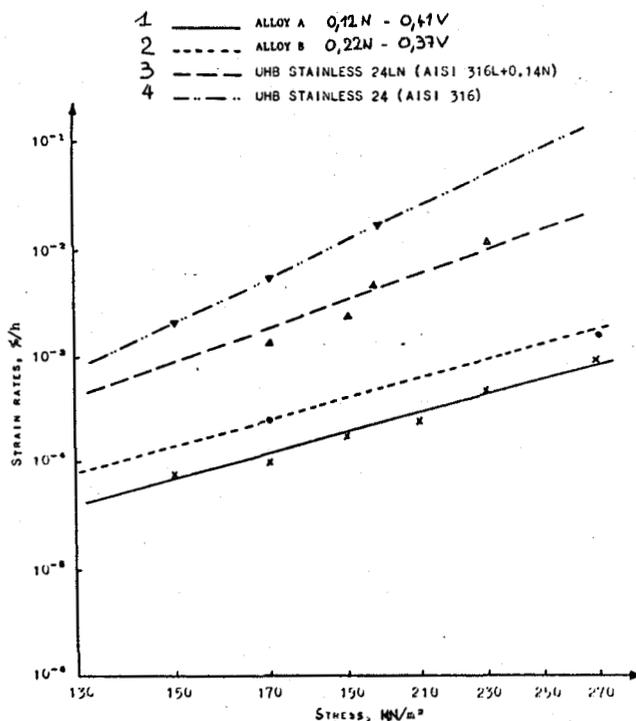


FIGURE 1-21

Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage à 650°C |35|

1.5. INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LA RUPTURE PAR CHOC

Dans ce type de rupture comme dans les autres modes, on doit tenir compte de la forme sous laquelle l'azote se présente (interstitiels ou nitrures).

L'énergie de rupture, par choc est fortement influencée par la présence des phases secondaires. C'est pourquoi, ces essais rapides sont couramment pratiqués pour contrôler ou situer l'état de précipitation d'un matériau.

MERCIER |24| montre que dans des alliages 18-12 et 17 - 13 hypertrempés à teneur en azote interstitiel inférieure à 0,2 %, la valeur de l'énergie de résilience varie peu avec la température au-dessus de - 100°C. Il poursuit de tels essais sur des aciers contenant 0,2 % - 0,4 % et 0,6 % d'azote avec addition de manganèse afin de favoriser la solubilité de l'azote. Il observe que la résilience se maintient à un niveau élevé, de la température ambiante jusqu'à - 196°C, sauf lorsque la teneur en azote atteint 0,6 %.

WELLNER [36] prend en considération en plus, l'influence de la température de mise en solution et de la vitesse de refroidissement sur des aciers types 18-12 et 20-9. Pour l'alliage 18-12, quand la température de mise en solution et la vitesse de refroidissement sont plus élevées, la résilience se maintient à un niveau constant élevé parce que l'azote est en solution solide et que l'alliage est exempt de tout précipité et de ferrite δ . Il constate une chute de l'énergie de résilience pour une température de mise en solution plus faible (1050°C) quelle que soit la vitesse de refroidissement quand la teneur en azote est de 0,1 %. Il attribue cette forte chute à la faible température de mise en solution, à la présence de la phase σ et à un début de précipitation de Cr_2N et de phase χ . Les précipités M_{23}C_6 ne sont pas observés.

Il en conclut que la formation de phase σ n'est empêchée que pour des teneurs en azote plus élevées (0,2 %) mais que la croissance de germes de précipités M_{23}C_6 est complètement inhibée par la présence d'azote, ce qui confirme les travaux fondamentaux de K.H. JACK [37] et les observations de PROTIVA [10] et de TANAKA [11].

Enfin DOMIS [28] compare les énergies de rupture par choc de 2 aciers 304 et 304 N vieillis en tenant compte de la température et de la durée de vieillissement. L'énergie de rupture de l'acier 304 N est plus faible que celle de l'acier 304 après un vieillissement de 10 000 heures à 550°C et 650°C; l'azote diminue donc l'énergie de résilience. Pour un acier type 316, la tendance est la même.

Par l'addition de 0,2 % d'azote, une faible décroissance de l'énergie de résilience est enregistrée sous un maintien de 10 000 heures à 550°C et 650°C ce qui laisse penser que l'azote se combine à ces températures.

1.6. CONCLUSION GENERALE CONCERNANT L'INFLUENCE DE L'AZOTE

Bien qu'étant proche du carbone dans la classification périodique, l'azote joue un rôle différent :

Par son action gammagène, il est possible de diminuer la teneur en nickel tout en conservant des structures austénitiques.

L'effet de l'azote sur l'énergie de faute d'empilement entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques. En outre, à cet effet s'ajoute l'effet inhibiteur sur la formation de phase intermétallique σ fragilisante.

Les caractéristiques mécaniques de traction sont nettement améliorées et ce d'autant plus que la température est basse.

L'azote procure un gain de durée de vie en fluage. Toutefois, une teneur optimale semble exister au-dessus de laquelle l'effet bénéfique en durée de vie s'estompe et la contrainte à rupture chute.

L'énergie de résilience n'est pas effectuée pour des essais à très basse température si toutefois l'on a bien pris soin d'exécuter une mise en solution correcte afin d'éliminer toute trace de précipités. A l'état vieilli, les aciers chargés en azote présentent une énergie de résilience plus faible que les aciers de classe normale.

Les essais de traction, de fluage et de résilience mettent clairement en évidence le rôle bénéfique de l'azote en solution. Ce bénéfice en présence d'azote est toutefois limité lors de la précipitation de nitrures.

Concernant les essais dynamiques (fatigue endurance ou fatigue oligocyclique), peu ou pas d'études ont été entreprises sur l'effet de l'azote. En particulier, ces effets favorables en sollicitations statiques se conservent-ils en sollicitations dynamiques ?

Notons cependant les travaux de HU et coll. [37] sur l'amélioration de la durée de vie par implantation d'azote, mais il s'agit pour ces expériences de fatigue endurance sur des aciers ferritiques à bas carbone.

Compte tenu de ce manque de résultats sur le rôle de l'azote dans le comportement des aciers inoxydables austénitiques sous sollicitations cycliques, nous avons entrepris cette étude [38, 39].

C H A P I T R E I I

FATIGUE PLASTIQUE OLIGOCYCLIQUE DES
ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

TYPE 18-12

Ce chapitre est consacré à une rapide revue bibliographique des résultats de fatigue plastique oligocyclique, obtenus sur des aciers inoxydables austénitiques type 316. Certains de ces résultats sont maintenant bien connus et nous serviront de point de comparaison pour analyser le rôle de l'azote interstitiel ou combiné.

2.1. COMPORTEMENT A TEMPERATURE AMBIANTE

Les alliages 316 et 316 L [41, 42] présentent au cours du cyclage à température ambiante un durcissement aux fortes déformations et un adoucissement aux faibles déformations, de la contrainte stabilisée par rapport au premier quart de cycle (Fig. 2-1)

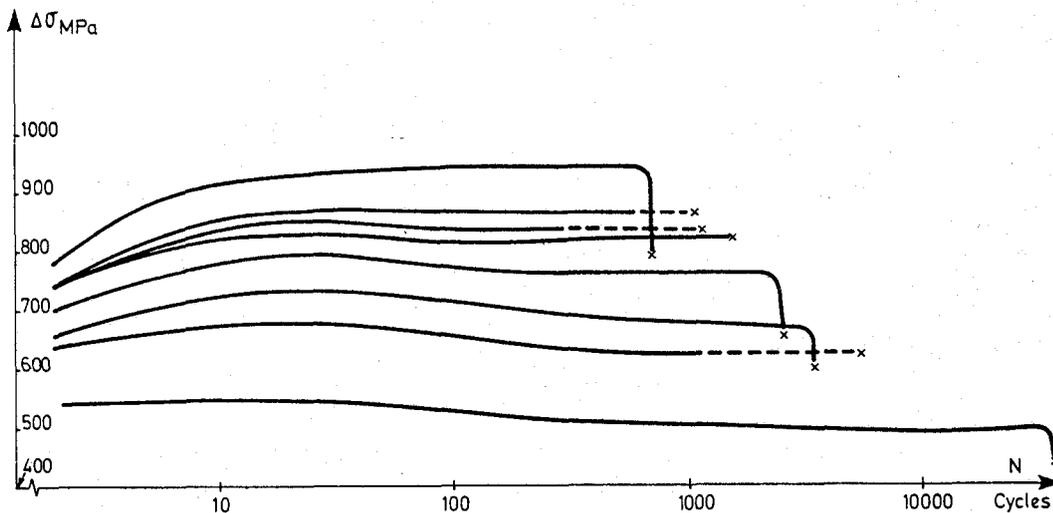


FIGURE 2-1

Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles - Acier 316 L - 20°C [41]

La courbe d'érouissage cyclique se situe donc en-dessous de la courbe de traction monotone aux faibles déformations et au-dessus aux fortes déformations (Fig. 2-2).

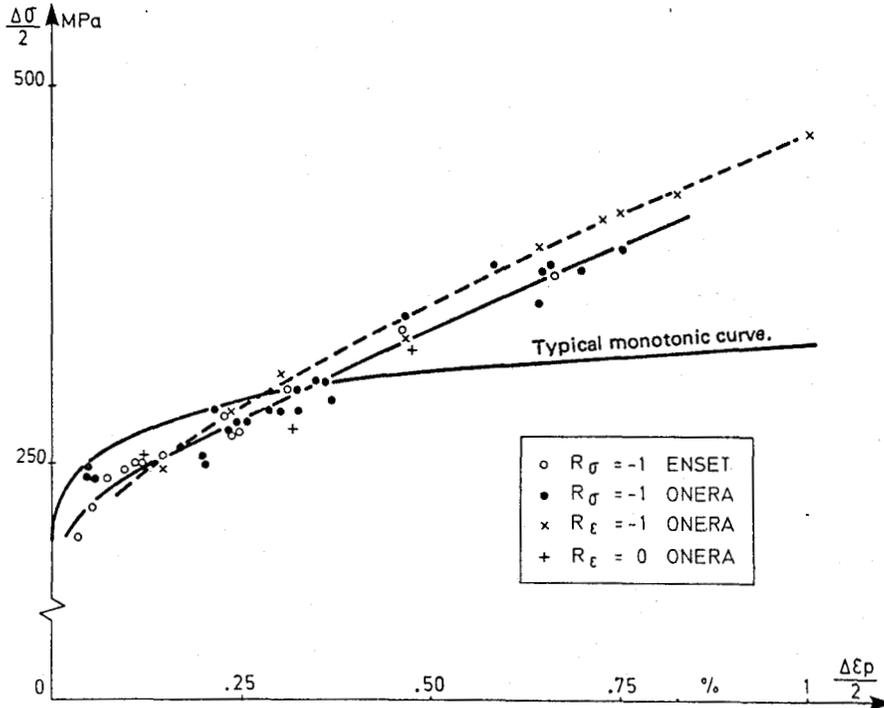


FIGURE 2-2

Courbes d'érouissage cyclique et monotone (316 L - 20°C) |41|

Il faut signaler que pour ces aciers, on rencontre des difficultés dans la définition de la courbe d'érouissage cyclique parce qu'ils sont sensibles à leur histoire thermomécanique. Ce sont des matériaux à effet de mémoire |43|.

Une prédéformation a pour effet de positionner la courbe d'érouissage cyclique en-dessous de celle de l'érouissage monotone (Fig. 2-3).

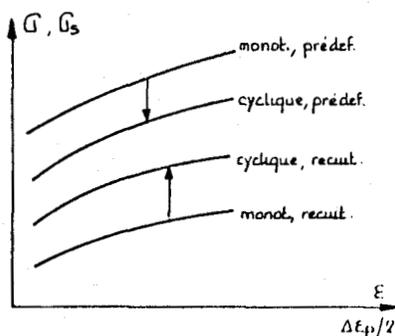


FIGURE 2-3

Effet d'une prédéformation sur la consolidation cyclique d'un acier austénitique inoxydable |43|

Cependant une prédéformation donne lieu à un effet de mémoire bénéfique du point de vue durée de vie [41, 44].

Les courbes de WÖHLER (Courbes S-N) et les courbes de MANSO-COFFIN à température ambiante sont représentées respectivement figure 2-4 et figure 2-5 [41].

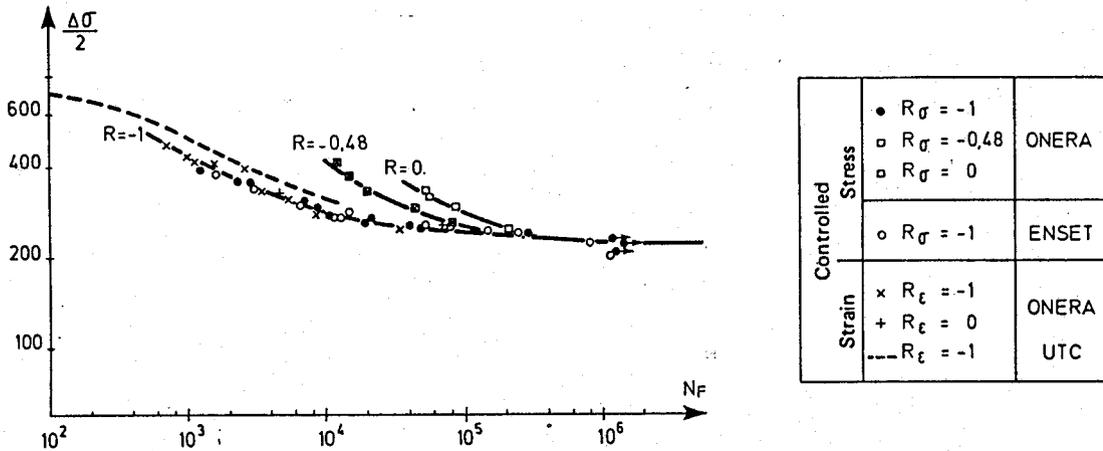


FIGURE 2-4

Courbes de WÖHLER (316 L) [41]

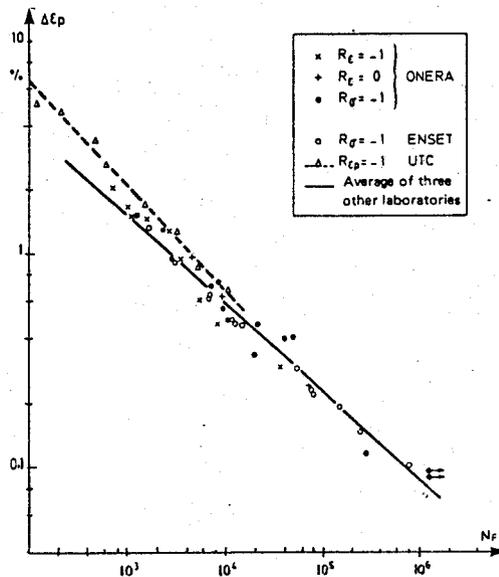


FIGURE 2-5

Courbes de MANSO-COFFIN (316 L) [41]

Pour une amplitude de contrainte donnée, la durée de vie est plus grande avec une contrainte moyenne T non nulle qu'avec une contrainte moyenne nulle, ce qui est inhabituel.

2.2. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE

On sait qu'à haute température, sous contrainte imposée (ou sous déformation totale imposée), le fluage (ou relaxation de contraintes) apparaît. On doit donc tenir compte des interactions fatigue-fluage présentes à température élevée. De nombreux travaux ont déjà été entrepris concernant des essais de 300°C à 700°C [45-52].

La température aurait pour effet de réduire continuellement la durée de vie en fatigue oligocyclique de ces aciers à l'état hypere trempé [45] (Fig. 2-6).

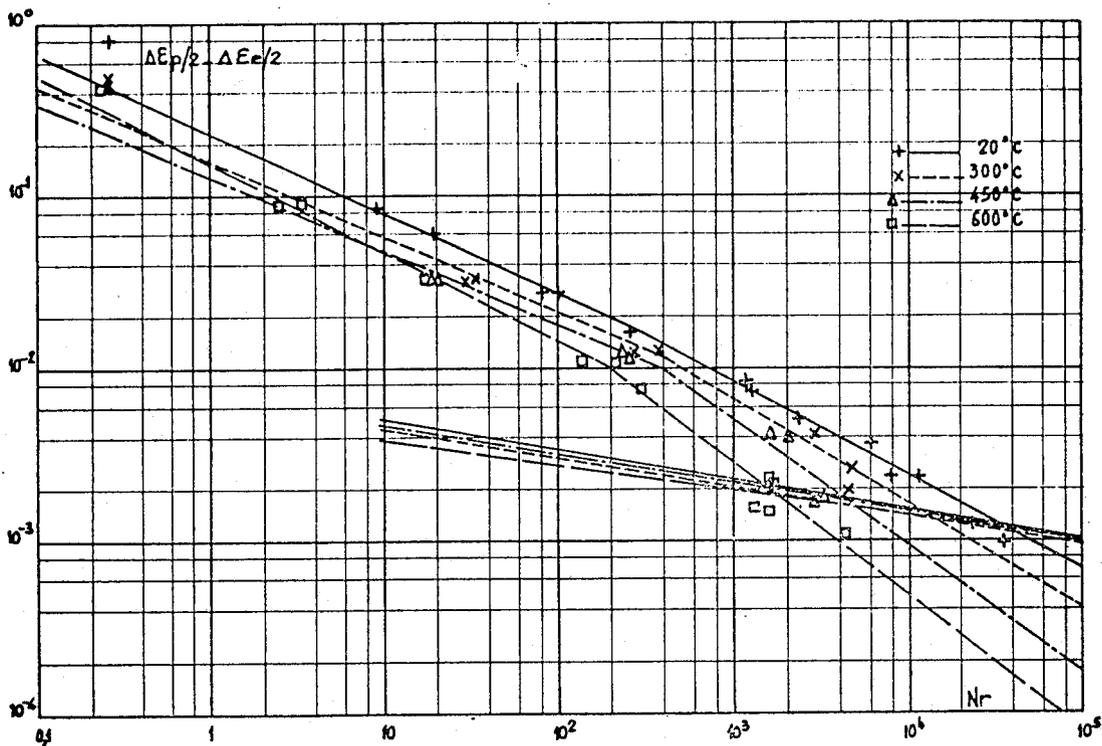


FIGURE 2-6

Acier 316 L. Courbes de MANSON-COFFIN d'après [45]

Cependant, BARAKAT [46] montre qu'à 600°C, l'effet de la température sur la durée de vie est néfaste par rapport à la température ambiante mais qu'à 300°C, cet effet est bénéfique quel que soit le niveau de déformation considéré (Fig. 2-7).

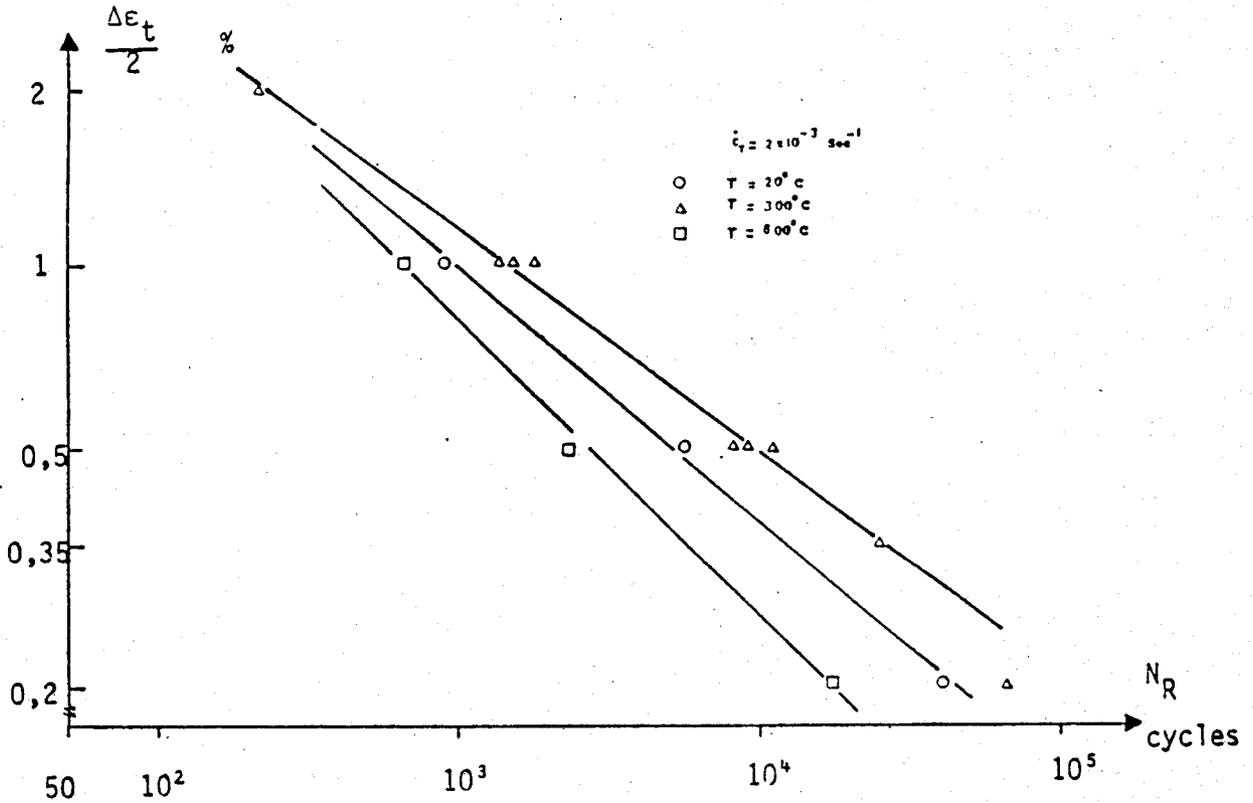


FIGURE 2-7

Acier 316 L. Courbe de MANSON-COFFIN d'après [46].

A haute température (430°C), l'acier 316 présente un durcissement suivi d'un adoucissement des contraintes au cours du cyclage [47] (Fig. 2-8).

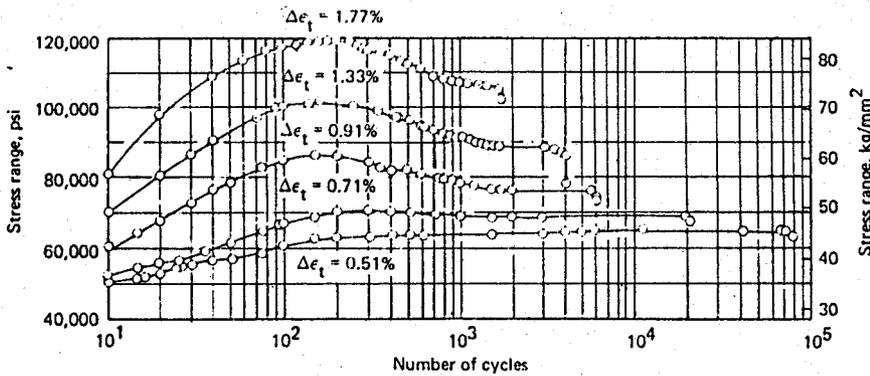


FIGURE 2-8

Evolution de la contrainte au cours du cyclage à 430°C [47]



Le durcissement cyclique par rapport à l'écroutissage monotone s'affaiblit avec l'augmentation de la température d'essai [47].

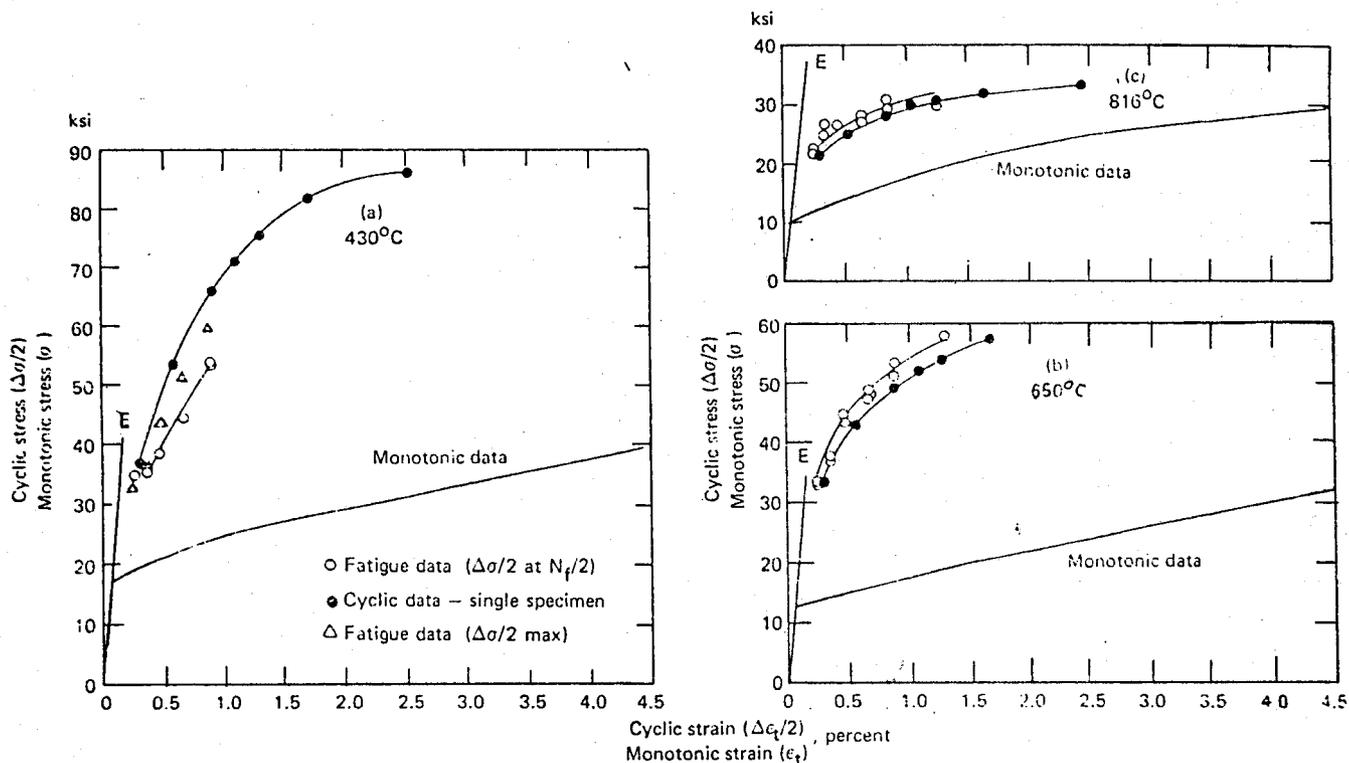


FIGURE 2-9

Courbes de consolidation monotone et cyclique obtenues à 430°C, 650°C et 816°C [47]

On peut penser que l'influence de la température est complexe car une augmentation de température favorise la restauration du matériau écrouti et par conséquent limite les conséquences bénéfiques dues à l'effet de mémoire, c'est-à-dire à l'écroutissage.

2.3. INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION ET DE LA FORME DU SIGNAL

Des essais réalisés à température ambiante [48] avec un signal triangulaire à vitesses de déformation totale longitudinale $4 \cdot 10^{-3}$, 10^{-3} et 10^{-4} s^{-1} ont montré que ce paramètre ne semblait pas avoir d'influence.

Cependant, BERLING et coll. [47] utilisent la même forme de signal aux vitesses $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3}$ et $4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Ils constatent une augmentation de la durée de vie avec la vitesse de déformation ce qui est confirmé par THORPE [49] à 625°C et YAMAGUCHI [50] à 600°C et 700°C (Fig. 2-10).

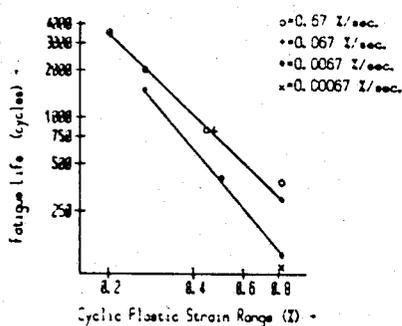


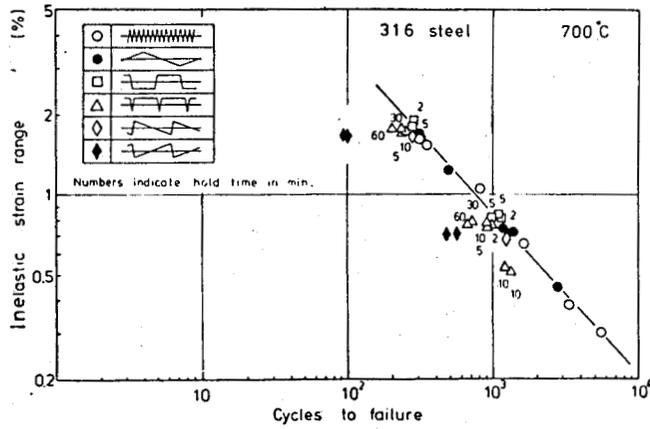
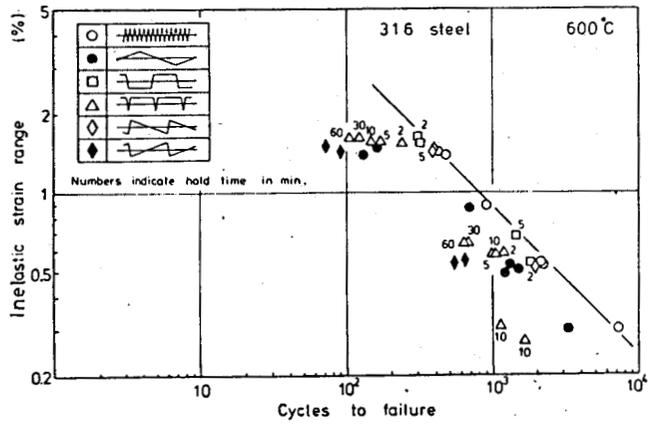
FIGURE 2-10

*Effet de la vitesse de déformation
sur la durée de vie [49]*

A température ambiante, GRATIER [48] ne note pas de différence en durées de vie quand on passe d'un signal triangulaire alterné à un signal sinusoïdal alterné, à $\Delta\epsilon_t = 4\%$ et à même fréquence. Il note seulement que le maximum de contrainte obtenu en fin de cycle sous signal triangulaire est obtenu avant la fin du cycle en signal sinusoïdal (phénomène de relaxation).

A 600°C et 700°C , YAMAGUCHI [50] obtient des différences en durée de vie suivant la forme de signal utilisé (Fig. 2-11 et 2-12).

Cette différence de durées de vie constatée pour des cycles en dent de scie avec front de montée lent par rapport au cycle triangulaire de référence est liée, d'après l'auteur, à une modification de la fissuration qui devient intergranulaire.



FIGURES 2-11 et 2-12

Influence de la forme du signal sur la durée de vie | 50 |



2.4. INFLUENCE D'UN TEMPS DE MAINTIEN
INTERACTION FATIGUE - FLUAGE

Les structures vieilles sont soumises en grande partie de leur durée de vie à des maintiens en charge. Ce type de sollicitation se traduit à température élevée par du fluage. Les efforts de fatigue s'ajoutent au fluage c'est pourquoi, on simule ces sollicitations par des essais de fatigue avec temps de maintien.

JASKE et coll. [51] réalisent des essais avec temps de maintien en traction allant jusque 10 heures à 565°C et 650°C.

B. REZGUI [52] fait de même à 600°C et pour des durées allant jusque 100 minutes.

Ils constatent tous deux une réduction de la durée de vie avec la durée du temps de maintien (Fig. 2-13) mais JASKE constate qu'à 565°C, le temps de maintien est plus néfaste qu'à 650°C.

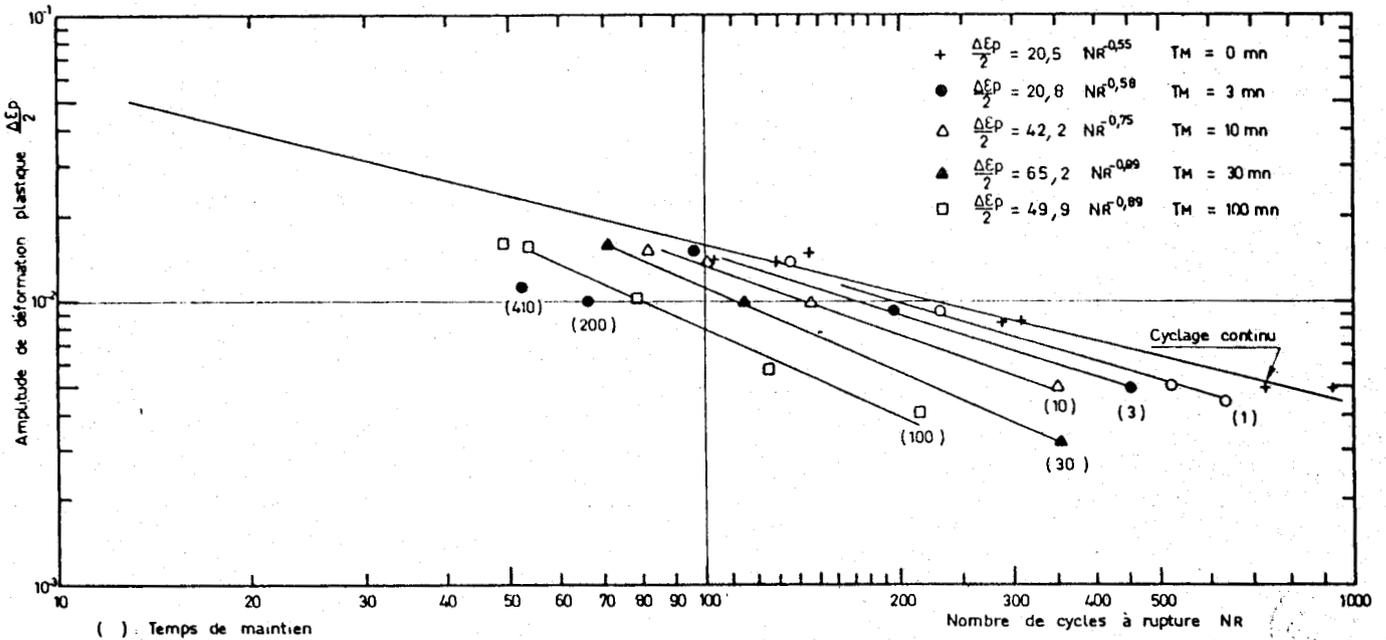
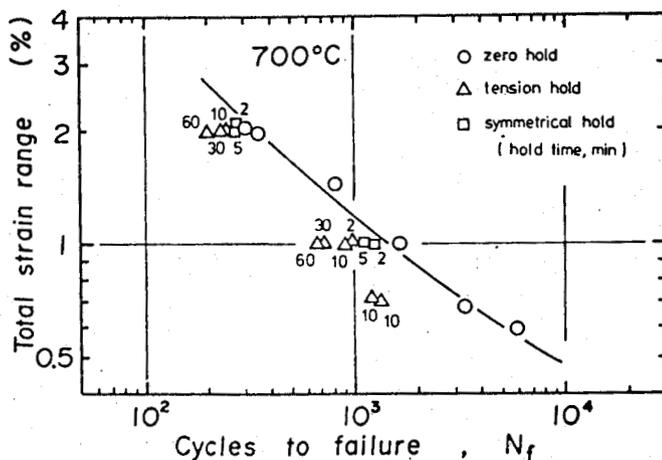
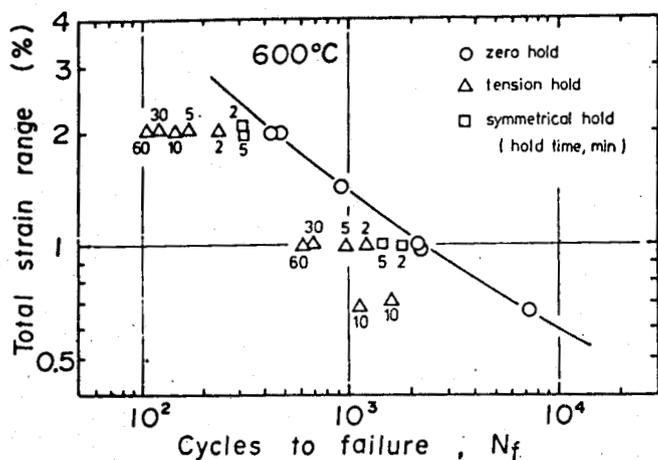


FIGURE II-13

Influence d'un temps de maintien sur la résistance à la fatigue.

L'influence d'un temps de maintien en traction et en compression est également étudiée [50, 53] à 600°C et 700°C. Elle se révèle moins dommageable que le maintien en traction seul. YAMAGUCHI constate que l'effet dommageable d'un temps de maintien diminue quand la température passe de 600°C à 700°C [50] (Fig. 2-14 et 2-15).



FIGURES 2-14 et 2-15
Influence d'un temps de maintien sur la durée de vie à 600° et 700°C

La réduction de durée de vie, définie par le rapport N_f/N_{f_0} [54] (durée de vie avec temps de maintien / durée de vie sans temps de maintien)

est représentée en fonction de la durée t_H du temps de maintien (Fig. 2-16).

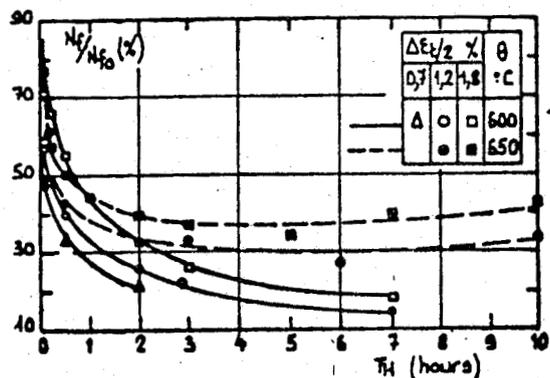


FIGURE 2-16
Evolution de N_f/N_{f_0} en fonction de la durée du temps de maintien

Ce rapport diminue continuellement avec t_H à 600°C mais se stabilise rapidement (à $t_H \approx 3$ heures) à 30-40 % à 650°C.

Cette chute de durée de vie obtenue en fatigue relaxation est attribuée [50, 54] au changement de mode de propagation de fissure. En fatigue continue, la propagation des fissures est transgranulaire et normale à l'axe de chargement.

En fatigue relaxation, il y a initiation de fissures intergranulaires à la fois à la surface de l'éprouvette et aux joints triples, ce qui amène une propagation de mode intergranulaire.

A 600°C, cette fissuration intergranulaire prédomine dès que le temps de maintien atteint 0,5 heure.

A 650°C, un mode de rupture final mixte persiste même pour des temps de maintien brefs. Certaines de ces fissures intergranulaires dévient pour se propager de manière transgranulaire.

Néanmoins, un effet bénéfique du temps de maintien a été clairement mis en évidence par PETREQUIN et coll. [55] lors d'essais à 550°C. En effet, pour une déformation totale inférieure à 1 %, la durée de vie en fatigue-relaxation est supérieure à celle obtenue en fatigue continue. Ce n'est plus le cas au-dessus de 1 %.

Les auteurs attribuent ce gain de durée de vie à un mécanisme de vieillissement avec début de précipitation de carbures qui augmenterait la valeur de la contrainte à saturation en retardant l'apparition des mécanismes de rupture intergranulaire. Ce phénomène, complexe fait intervenir non seulement le temps, mais l'érouissage cyclique.

2.5. CONCLUSION

Les paramètres étudiés jusqu'ici en fatigue oligocyclique sur les aciers inoxydables austénitiques type 316 sont essentiellement les conditions de sollicitations : amplitude de contrainte, de déformation, vitesse de déformation, forme du signal, température, interaction fatigue-fluage, rôle d'une prédéformation.

Compte tenu de l'apparente "unicité" du matériau, les variables métallurgiques se trouvent plus ou moins occultées. En étudiant le rôle de l'azote dans ces mécanismes, nous pensons disposer d'un paramètre supplémentaire susceptible de faciliter l'interprétation des phénomènes mis en jeu.

C H A P I T R E I I I

RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1. CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX ETUDIES

3.1.1. DESIGNATION ET IDENTIFICATION

Les matériaux étudiés constituent une famille d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 (AISI 316).

Leurs principales caractéristiques d'identification et d'élaboration sont les suivantes :

REPÈRE	CREUSOT-LOIRE	AFNOR	AISI	COULEE	PRODUIT	DIMENSION	TRAITEMENT THERMIQUE
A	ICL 164 BC	Z2 CND 17-11	316 L	02471	Tôle Isbergues 17428	e = 37 mm	MISE EN SOLUTION 1 h à 1100°C REFROIDISSEMENT A L'EAU
B	ICL 164	Z6 CND 17-12	316	93268	Tôle Isbergues 17449	e = 30 mm	
C	ICL 164 T	Z5 CND 17-11	316 T	01557	Tôle Isbergues 17298	e = 26 mm	
D	ICL 167 SPH	Z3 CND 17-12	316 L	T8474	ASV Ondaine Tôle 40113	e = 22 mm	
E	ICL 164 BC	Z2 CND 17-11	316 L	KK628	Coulée H.F Ondaine	∅ 25 lingot 225 kg	
F	ICL 168 HE	Z2 CND 17-13	316 LN	02857	Tôle Isbergues 19862	e = 18 mm	
G	ICL 166 HE	Z3 CND 17-12	316 LN	UB419	Coulée D.R.U.	∅ 25	
H	ICL 166 HE	Z3 CND 17-12	316 LN	KK629	Coulée H.F Ondaine	∅ 25 lingot 225 kg	
EV	ICL 164 BC	Z2 CND 17-11	316 L	KK628	Coulée H.F Ondaine	∅ 25 lingot 225 kg	vieilli 2000 h à 600°C après hyper-trempe
HV	ICL 166 HE	Z3 CND 17-12	316 LN	KK629	Coulée H.F Ondaine	∅ 25 lingot 225 kg	

TABLEAU III-1

Désignation et élaboration des matériaux



Dans la suite de l'étude, les matériaux seront désignés à l'aide de la lettre "Repère".

3.1.2. COMPOSITIONS CHIMIQUES

Les compositions chimiques obtenues sur les têtes des éprouvettes sont données dans le tableau III-2.

MAT.	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	N	B	Co	Ti
A	0,020	1,66	0,51	0,003	0,021	11,50	16,90	2,02	0,100	0,029	0,0011	0,171	0,010
B	0,053	1,67	0,62	0,002	0,021	10,43	16,90	2,00	0,100	0,032	0,0013	0,273	0,010
C	0,041	1,72	0,55	0,004	0,021	10,73	17,11	2,00	0,100	0,010	≤0,0003	0,212	0,440
D	0,022	1,72	0,46	0,005	0,028	12,03	17,13	2,50	0,285	0,071	0,0030	0,155	-
E	0,026	1,54	0,62	0,006	0,019	11,54	17,10	2,19	0,19	0,080	0,0014	0,110	-
F	0,014	1,72	0,38	0,001	0,026	13,13	18,84	3,35	0,065	0,120	0,0014	0,120	-
G	0,021	1,50	0,31	0,001	0,010	12,71	17,06	2,55	≤0,0010	0,215	0,0009	0,015	-
H	0,024	1,59	0,65	0,006	0,020	12,98	17,01	2,62	0,18	0,250	0,0015	0,110	-

TABLEAU III-2

Composition chimique en % massique

Remarque : les matériaux E et H ne diffèrent respectivement des matériaux EV et HV que par leur traitement thermique.

Le diagramme de SCHAEFFLER permet de prévoir une structure purement austénitique ou austénitique avec un très faible taux de ferrite (Fig. III-1).

Les équivalents chrome et nickel se calculent de la manière suivante |56| :

$$\% (\text{Ni}) = \% \text{Ni} + 30 \% \text{C} + 30 \% \text{N} + 0,5 \% \text{Mn}$$

$$\% (\text{Cr}) = \% \text{Cr} + \% \text{Mo} + 1,5 \% \text{Si} + 0,5 \% \text{Nb}$$

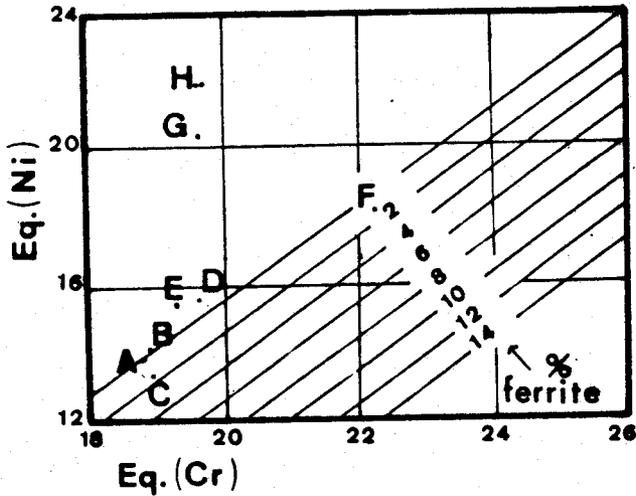


FIGURE III-1
Diagramme de SCHAEFFLER

3.1.3. MICROGRAPHIES

Les micrographies de ces aciers sont représentées photos III-1 à 10.

Les structures sont attaquées à l'aide de l'eau reagal (1 volume d'HCl, 2 volumes d'HNO₃, 2 volumes d'eau).

Les tailles de grain mesurées sont regroupées dans le tableau III-3.

Acier	A	B	C	D	E	F	G	H	EV	HV
d (μ)	45	60	60	100	135	110	105	100	155	90

TABLEAU III-3
Taille de grain des aciers étudiés

3.1.4. PARAMETRES DE MAILLE

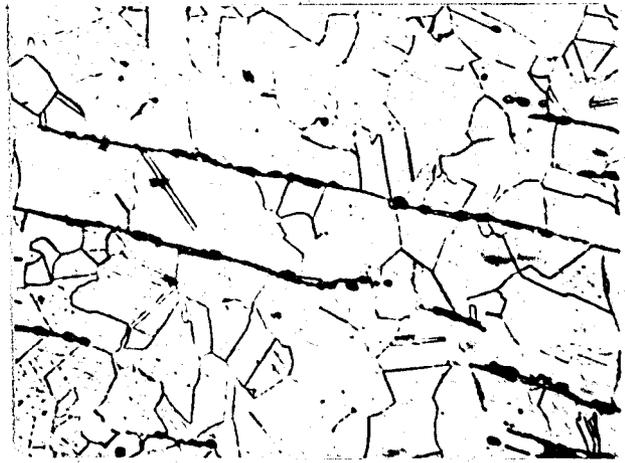
Les paramètres de maille des aciers ont été déterminés aux rayons X à l'aide du diffractomètre.

On a mesuré :

pour l'acier E a = 3,5976 Å
pour l'acier H a = 3,6025 Å



acier A



acier B



acier C



acier D



acier E

PHOTOS III 1 à 5

Grossissement : 160

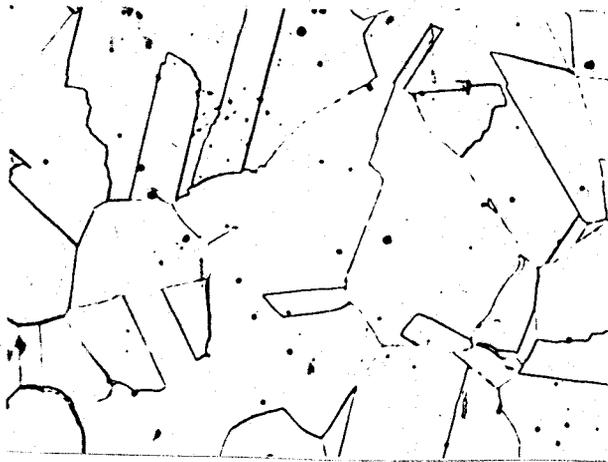
PLUS
LITTLE



acier F



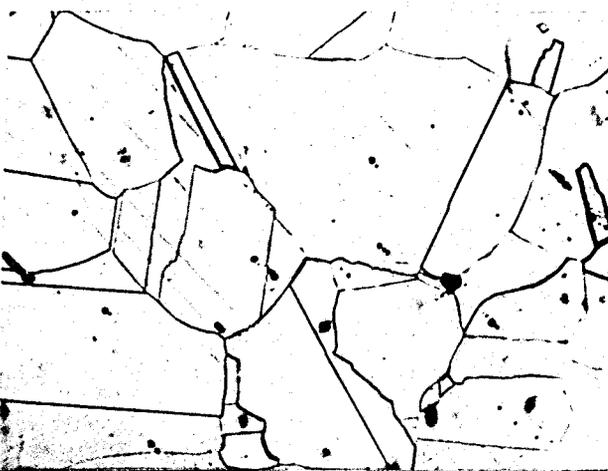
acier G



acier H



acier EV



acier HV

Photos III-6 à 10

Grossissement : 160



3.2. CONDITIONS EXPERIMENTALES

3.2.1. CONDITIONS DES ESSAIS

Tous les essais (monotones et cycliques) sont réalisés sur une machine hydraulique servocontrôlée MTS de capacité 100 KN.

Cette machine permet un asservissement soit en charge, soit en déformation, ou en déplacement du vérin.

La charge est mesurée par une cellule de charge montée en série avec l'éprouvette.

Nous avons réalisé en 2 parties les mors supérieur et inférieur afin de permettre un alignement correct des têtes de l'éprouvette. Le défaut d'alignement maximum toléré est 5/100e mm. Les mors d'amarrage pour essais à température ambiante sont représentés figure III-2.

Les éprouvettes, représentées figure III-3, sont du type cylindrique à têtes lisses de base de mesure longitudinale 10 mm ou 25 mm et de diamètre utile 10 mm.

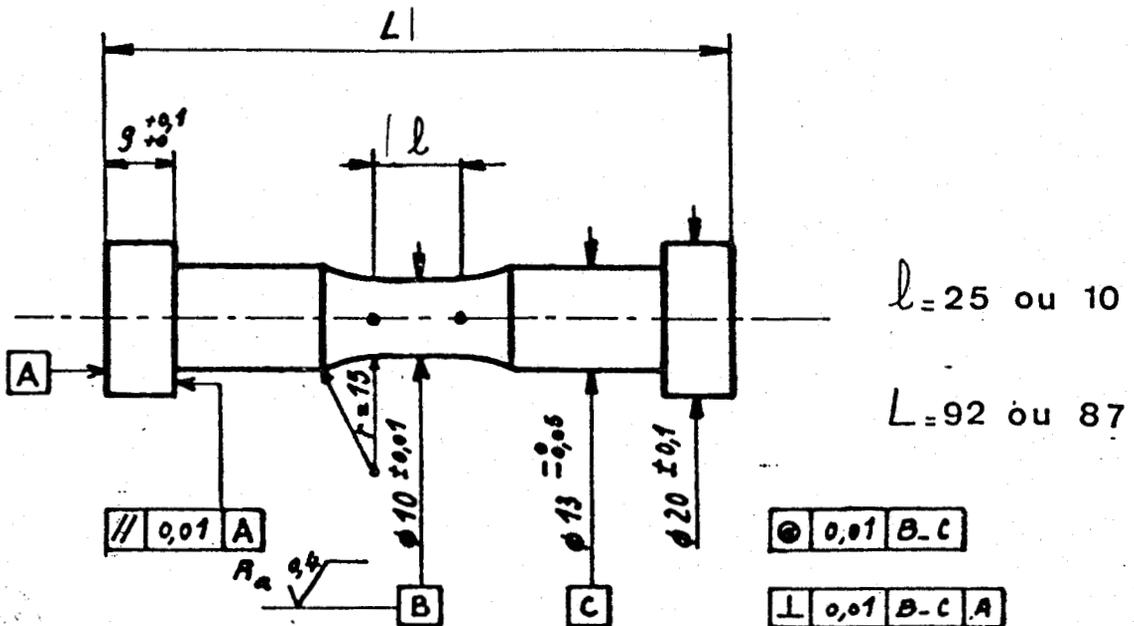


FIGURE III-3

Eprouvette de fatigue

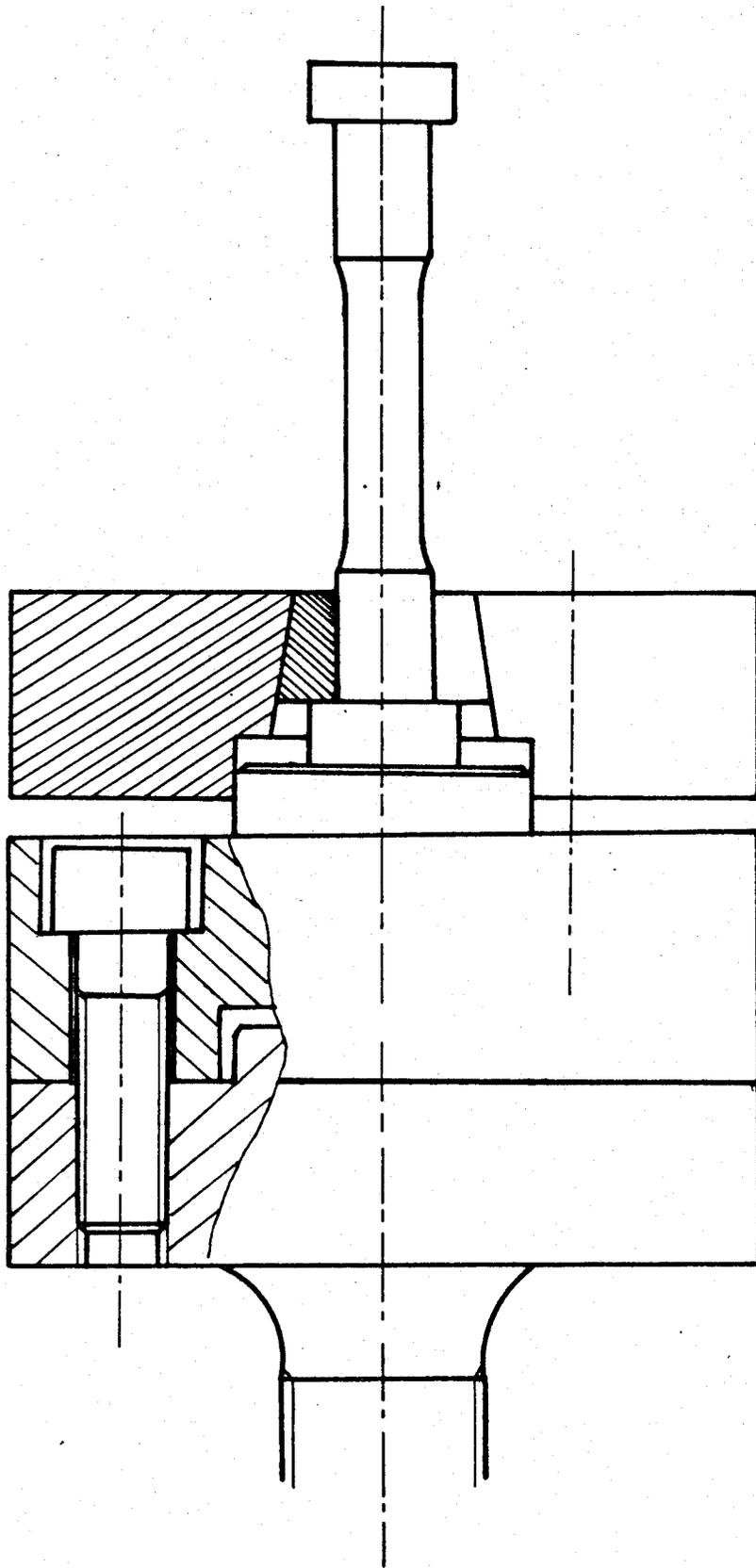


FIGURE III-2

Mors de fatigue à froid (montage de la tête supérieure identique)



Ces éprouvettes sont rectifiées sur la longueur utile dans le sens longitudinal afin d'éliminer toutes raies d'usinage dans lesquelles pourraient s'initier précocement les fissures.

Les déformations longitudinales sont mesurées à l'aide de capteurs à jauges de déformations MTS, de base de mesure 10 ou 25 mm, collés sur la partie utile de l'éprouvette.

3.2.2. PROGRAMME D'ESSAIS

Les essais réalisés à température ambiante sont les suivants :

- des essais de traction monotone aux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_2 = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Nous mesurons les premiers stades de déformation à l'aide de l'extensomètre pour avoir une précision comparable à celle des essais de fatigue oligocyclique. Ceci facilite la comparaison entre l'écrouissage monotone et l'écrouissage cyclique. Nous terminons l'essai jusqu'à rupture complète à l'aide du déplacement du vérin.

- un essai d'écrouissage cyclique par paliers successifs croissants en cycle triangulaire alterné ($R_\epsilon = -1$) à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ aux niveaux de déformation totale imposée :

$$\Delta\epsilon_t = 0,2 - 0,5 - 1 - 1,5 - 2 - 2,5 \%$$

- des essais de fatigue plastique oligocyclique en déformation totale imposée avec signal triangulaire alterné ($R_\epsilon = -1$) à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à 4 ou 5 niveaux de déformation en moyenne, à raison de 2 éprouvettes par niveau.

3.2.3. PARAMETRES MESURES

En traction monotone, le signal de la charge est tracé en continu sur un enregistreur X(t) monovoie. La courbe charge-déformation est obtenue sur table traçante XY.

Lors d'un essai de fatigue, on enregistre :

- le signal de la charge en continu sur enregistreur monovoie
- les cycles d'hystérésis Force-Déformation longitudinale sur table traçante XY à partir des signaux de la cellule de charge et de l'extensomètre

Le critère de ruine adopté correspond au nombre de cycles, provoquant la rupture, complète de l'éprouvette quand la période de propagation est faible (<5 %) ou au nombre de cycles correspondant à une chute de 25 % de la contrainte maximale.

Le cycle de référence, après stabilisation des contraintes correspond à 20 % de la durée de vie N_R . Sur ce cycle de référence, nous pouvons mesurer et calculer :

- la variation de charge ΔF
- la variation de déformation totale $\Delta \epsilon_t$
- la variation de déformation plastique $\Delta \epsilon_p$
- la variation de déformation élastique $\Delta \epsilon_e = \Delta \epsilon_t - \Delta \epsilon_p$

Comme les déformations sont relativement faibles, nous confondons contrainte conventionnelle et contrainte rationnelle ainsi que déformation conventionnelle et déformation rationnelle, soit :

$$\Delta \sigma = \frac{\Delta F}{S_0} = \frac{\Delta F}{S} \quad \text{et} \quad \Delta \epsilon = \frac{l - l_0}{l_0} = \text{Log} (l/l_0)$$

3.3. RESULTATS D'ESSAIS

Les essais réalisés ont fait l'objet de rapports internes [57] qui regroupent de manière détaillée tous les résultats. Cependant, nous fournissons ici les principaux résultats donnant les caractéristiques mécaniques fondamentales de ces aciers ainsi que leurs représentations graphiques.

3.3.1. RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION

Les résultats des essais de traction monotone sont regroupés dans le tableau III-4.

ACIER	$R_{0,02} \%$ (MPa)		$R_{0,2} \%$ (MPa)		R_m (MPa)		A (%)		Σ (%)	
	$\overset{0}{\epsilon}_1$	$\overset{0}{\epsilon}_2$								
A	240	190	275	280	580	580	44	40	-	74
B	225	250	260	270	635	625	56	-	77	-
C	205	195	275	280	585	575	51	46	77	74
D	205	240	240	270	560	605	45	39	81	75
E	200*	235	275*	280	570*	580	-	39	-	-
F	275	285	315	325	605	610	37	34	76	79
G	295	335	345	365	655	685	39	32	73	70
H	330*	340	375*	380	710*	700	34*	33	69*	75
EV	250*	265	295*	285	600*	610	33*	35	70*	70
HV	355*	370	400*	425	745*	760	30*	29	57	67

(* essais réalisés à $\overset{0}{\epsilon}_2$)

TABLEAU III-4

*Caractéristiques mécaniques de traction monotone
à température ambiante*

Les points expérimentaux des courbes de traction monotone jusqu'à l'apparition de la striction sont lissés par une droite en diagramme bilogarithmique par la méthode des

moindres carrés. Les lois d'érouissage monotone jusque la striction se mettent sous la forme :

$$\sigma_V = K \cdot \epsilon_V^n$$

et sont établies entre les grandeurs rationnelles de la contrainte σ_V (exprimée en MPa) et de la déformation plastique ϵ_P (exprimée en %). Elles sont rassemblées dans le tableau III-5.

ACIER	LOI D'ECROUISSAGE	
	à ϵ_1	à ϵ_2
A	$\sigma_V = 341 \cdot \epsilon_V^{0,212}$	$\sigma_V = 338 \cdot \epsilon_V^{0,205}$
B	$\sigma_V = 335 \cdot \epsilon_V^{0,253}$	$\sigma_V = 346 \cdot \epsilon_V^{0,230}$
C	$\sigma_V = 342 \cdot \epsilon_V^{0,212}$	$\sigma_V = 341 \cdot \epsilon_V^{0,200}$
D	$\sigma_V = 278 \cdot \epsilon_V^{0,271}$	$\sigma_V = 295 \cdot \epsilon_V^{0,291}$
E	-	$\sigma_V = 311 \cdot \epsilon_V^{0,257}$
F	$\sigma_V = 342 \cdot \epsilon_V^{0,243}$	$\sigma_V = 348 \cdot \epsilon_V^{0,243}$
G	$\sigma_V = 369 \cdot \epsilon_V^{0,205}$	$\sigma_V = 398 \cdot \epsilon_V^{0,223}$
H	-	$\sigma_V = 412 \cdot \epsilon_V^{0,230}$
EV	-	$\sigma_V = 344 \cdot \epsilon_V^{0,223}$
HV	-	$\sigma_V = 474 \cdot \epsilon_V^{0,182}$

TABLEAU III-5

Lois d'érouissage monotone à température ambiante

3.3.2. RESULTATS DES ESSAIS DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique à température ambiante sont regroupés dans le tableau III-6.

NUANCE	N° essai	$\Delta \epsilon_t$ %	$\Delta \epsilon_p$ %	$\Delta \epsilon_e$ %	N_R	$\frac{\Delta \sigma}{2}$ (MPa)	$\frac{\Delta \sigma}{2}$ max (MPa)	$(\frac{\Delta \sigma}{2})_0$ (MPa)	
A	1	0,980	0,612	0,368	7135	321	338	260	
	2	1,568	1,096	0,472	1501	380	381	308	
	3	0,776	0,448	0,328	13627	296	315	272	
	4	0,980	0,602	0,378	5833	312	324	280	
	5	1,560	1,088	0,472	1655	389	392	332	
	6	2,440	1,910	0,530	322	439	448	328	
	7	2,440	1,880	0,560	448	447	456	344	
	8	0,772	0,404	0,368	11780	312	334	276	
B	1	1,568	1,128	0,440	1123	382	395	295	
	2	1,556	1,132	0,424	1222	395	399	279	
	3	0,964	0,642	0,322	4742	316	335	274	
	5	0,970	0,630	0,340	4839	320	339	279	
	6	0,570	0,320	0,250	85828	255	292	269	
	9	0,572	0,320	0,252	10031	254	295	269	
	10	1,936	1,456	0,480	845	427	443	300	
	11	1,952	1,480	0,472	604	431	450	303	
	13	2,440	1,900	0,540	437	472	496	326	
	14	0,730	0,432	0,298	18256	270	297	260	
	C	1	1,564	1,132	0,432	1067	389	420	282
		2	1,564	1,116	0,448	1238	386	398	307
		3	2,430	1,900	0,530	407	443	459	302
		4	0,776	0,444	0,332	11122	307	312	266
5		1,568	1,120	0,448	1014	379	389	282	
7		0,774	0,432	0,342	12171	302	307	266	
8		0,980	0,612	0,368	6329	333	335	292	
9		0,980	0,604	0,376	6209	323	324	276	
10		2,430	1,880	0,550	388	439	451	309	
D		1	0,780	0,505	0,275	13369	283	320	290
	2	0,772	0,504	0,268	16804	273	309	280	
	3	1,960	1,460	0,500	1052	422	431	308	
	4	1,564	1,144	0,420	2217	385	393	300	
	5	0,978	0,672	0,306	8639	296	328	286	
	6	0,978	0,676	0,302	8156	300	329	286	
	7	1,568	1,160	0,408	1644	393	403	290	
	8	1,964	1,469	0,495	1406	428	436	300	
	9	0,582	0,332	0,250	27657	256	301	290	
	10	0,582	0,344	0,238	33506	255	293	280	
	11	2,930	2,301	0,629	554	554,5	557	342	
	12	2,450	1,980	0,470	788	512,5	514	342	
	13	2,460	1,840	0,620	649	515	515	362	
	14	2,930	2,290	0,640	623	558,5	565	340	
E	1	2,440	1,940	0,500	540	465	472	321	
	2	0,788	0,521	0,267	14327	270	313	274	
	3	0,794	0,552	0,242	15098	271	316	294	
	4	2,460	1,960	0,500	899	467	470	372	
	5	1,576	1,204	0,372	3316	347,5	368	305	
	6	1,576	1,196	0,380	2543	364	388	321	
	7	0,583	0,360	0,228	26627	249	294	288	
	8	0,980	0,712	0,268	8623	291	327	299	
	9	0,584	0,354	0,230	38650	251	294	291	
	10	0,986	0,708	0,278	9501	280	321	288	



NUANCE	N° essai	$\Delta \epsilon_t$ %	$\Delta \epsilon_p$ %	$\Delta \epsilon_e$ %	N_R	$\frac{\Delta \sigma}{2}$ (MPa)	$\frac{\Delta \sigma}{2}$ max (MPa)	$(\frac{\Delta \sigma}{2})_0$ (MPa)
F	1	0,582	0,280	0,302	54468	267,5	319	298
	2	0,980	0,630	0,350	12893	307,5	360	338
	3	0,984	0,628	0,356	15990	300,5	354	338
	4	0,776	0,470	0,306	19400	307,5	365	334
	5	0,772	0,432	0,340	20300	316	388	366
	6	1,568	1,112	0,456	3158	374	415	354
	7	1,564	1,120	0,444	3417	374	415	354
	8	1,928	1,429	0,499	1919	415,5	442	356
	9	2,440	1,840	0,600	1243	457	476	354
	10	2,450	1,750	0,700	1550	474	504	396
	11	2,940	2,220	0,720	950	464	487	392
	12	2,940	2,160	0,780	754	528	544	402
G	1	0,778	0,496	0,282	17189	308,5	375	372
	2	0,776	0,484	0,292	17326	303,5	372	362
	3	0,976	0,652	0,324	8918	336,5	400	382
	4	1,568	1,176	0,392	3750	391,5	449	424
	5	1,564	1,162	0,402	2207	410,5	469	424
	6	1,968	1,520	0,448	1904	436	490	408
	7	0,981	0,652	0,329	8474	339	405	382
H	1	1,568	1,168	0,400	4023	410	472	435
	2	0,778	0,468	0,318	22021	314	388	388
	3	2,440	1,880	0,560	1973	464	558	460
	5	1,572	1,153	0,419	4090	391	454	420
	6	0,982	0,640	0,342	9979	340	417	415,5
	7	0,785	0,471	0,314	20808	316	388	388
	8	0,988	0,656	0,332	12480	338	404	399
	9	0,586	0,306	0,280	36928	305	363	360
	10	2,450	1,830	0,620	1009	493	532	413
	11	0,585	0,293	0,292	39334	305	377	377
	12	2,440	1,900	0,540	1097	471	521	378
	EV	1	2,442	1,940	0,502	686	458	469
2		1,560	1,180	0,380	2730	349	373	323
3		0,574	0,316	0,258	30871	260	308	308
4		0,572	0,344	0,228	28200	254	293	287
5		2,460	1,950	0,510	878	444	461	323
6		0,980	0,702	0,278	7780	293	328	292
7		1,568	1,200	0,368	1784	358	375	310
8		0,979	0,674	0,305	8009	306	355	336
HV	1	0,980	0,652	0,328	11500	349,5	408	405
	2	2,460	1,934	0,526	924	498	541	440,5
	3	0,974	0,638	0,336	13500	332	402	402
	4	2,454	1,910	0,544	1051	475	517	422
	5	1,568	1,128	0,440	4003	394	448	421
	6	0,576	0,295	0,281	42520	309	412	412
	7	1,564	1,168	0,396	2850	402	458	428
	8	0,576	0,286	0,290	48500	309	374	353



TABLEAU III-6

Résultats des essais de fatigue oligocyclique
à température ambiante

3.3.3. CONSOLIDATION

Les courbes de consolidation représentées (figures III-2A_a à 2HV_a) mettent en évidence les caractéristiques d'érouissage sous sollicitations monotone et cyclique.

Les courbes de consolidation cyclique sont obtenues par la méthode utilisant une éprouvette par niveau et par la méthode des paliers successifs.

Les points expérimentaux de la courbe charge - déformation plastique ($\epsilon_p < 3\%$) pour la traction monotone et de la courbe amplitude de charge - déformation plastique pour les essais cycliques sont lissés par une droite en diagramme bilogarithmique.

Les lois d'érouissage monotone (pour $\epsilon_p < 3\%$) et d'érouissage cyclique se mettent respectivement sous la forme :

$$\sigma_v = K \cdot \epsilon_p^n$$

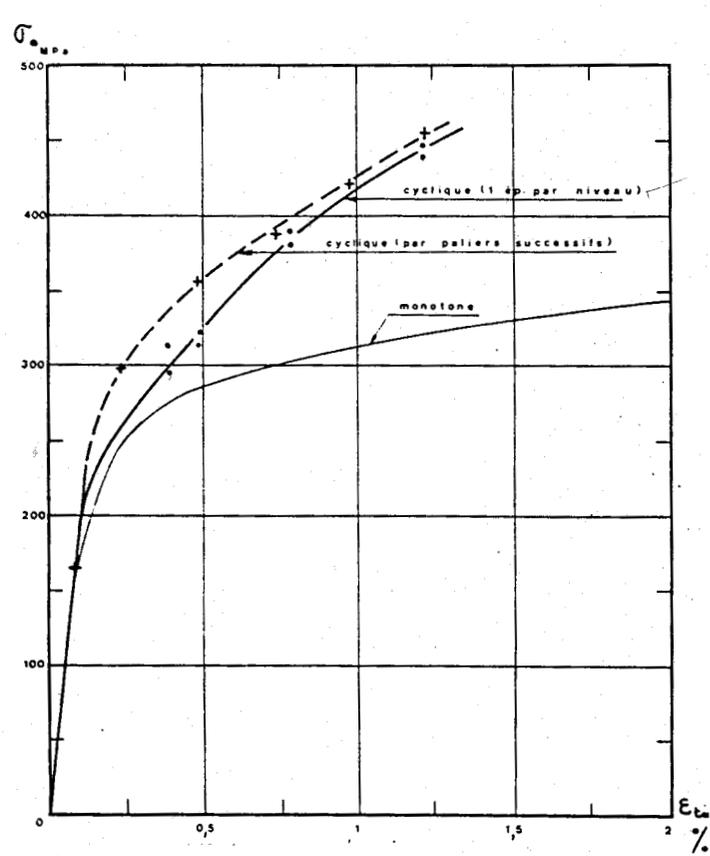
$$\sigma_a = K' \cdot \epsilon_p^{n'}$$

Les coefficients K, n, K' et n' sont regroupés dans le tableau III-7.

ACIER	TEMPERATURE	K	n	K'	n'
A	AMBIANTE	321	0,113	447	0,263
B		314	0,082	477	0,349
C		322	0,0926	446	0,255
D		305	0,089	504	0,422
E		322	0,0745	415	0,312
F		358	0,070	467	0,305
G		406	0,061	474	0,308
H		415	0,061	471	0,256
EV		329	0,088	433	0,309
HV		456	0,058	469	0,237

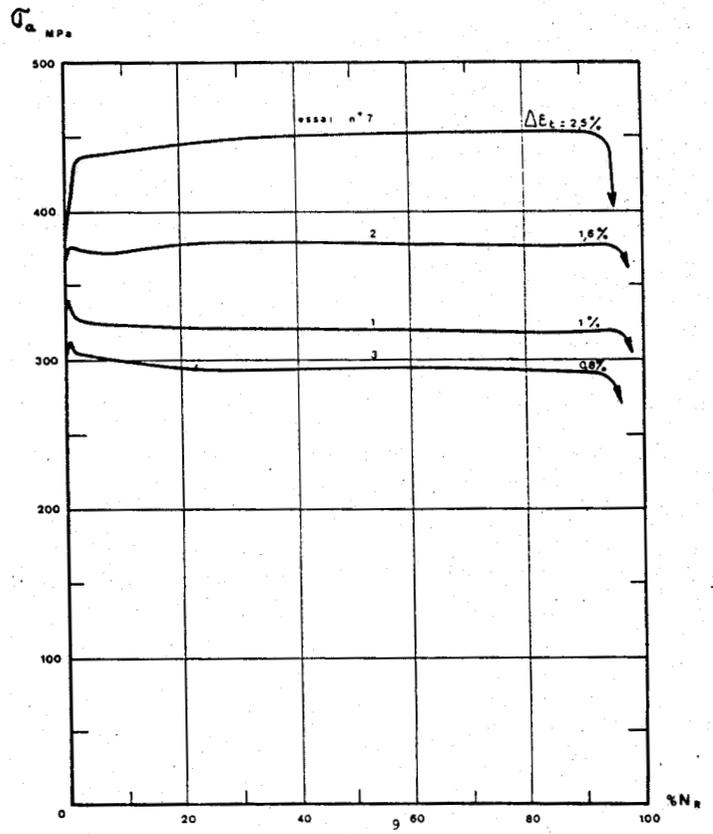
TABLEAU III-7

Coefficients des lois d'érouissage monotone et cyclique



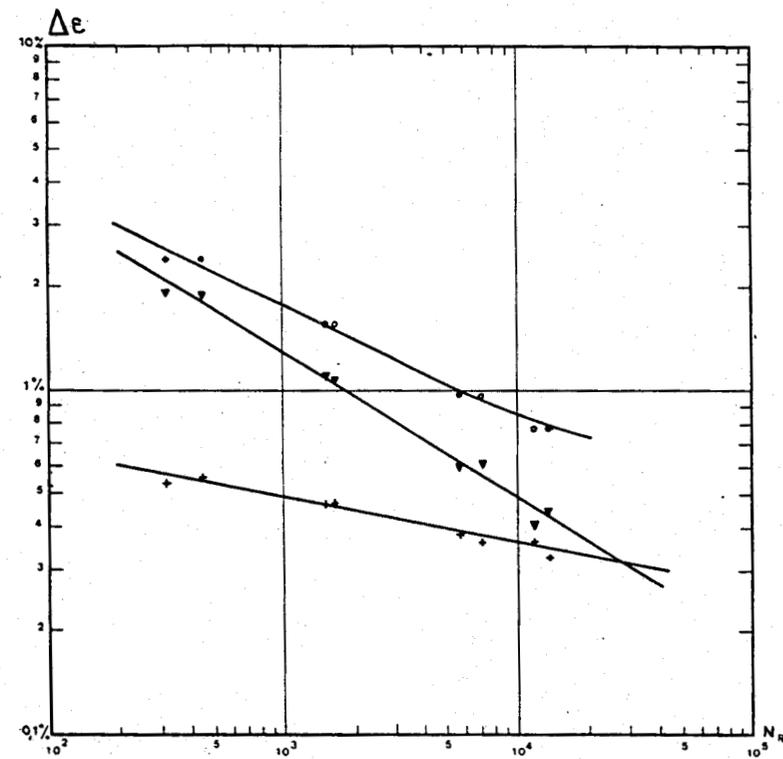
a

Ecrouissage cyclique et monotone



b

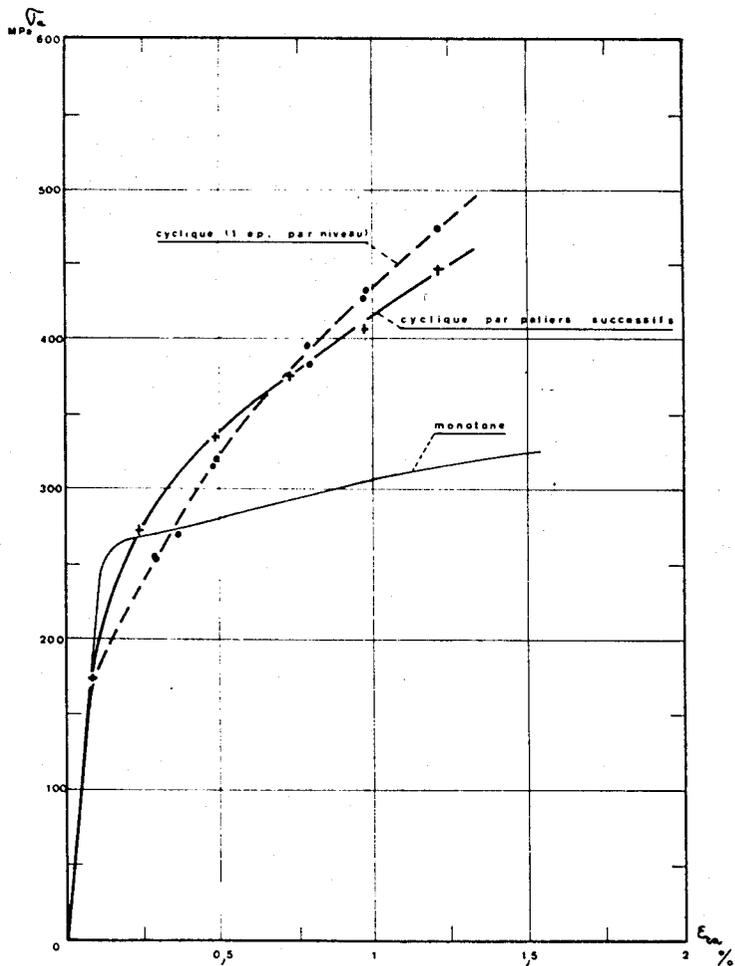
évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$



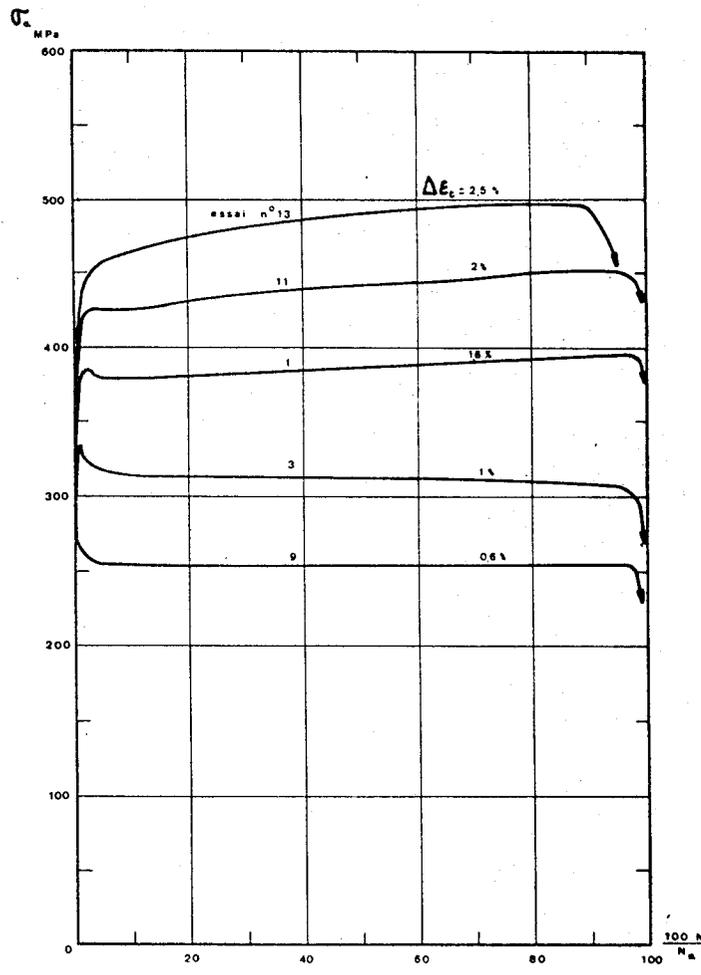
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.A

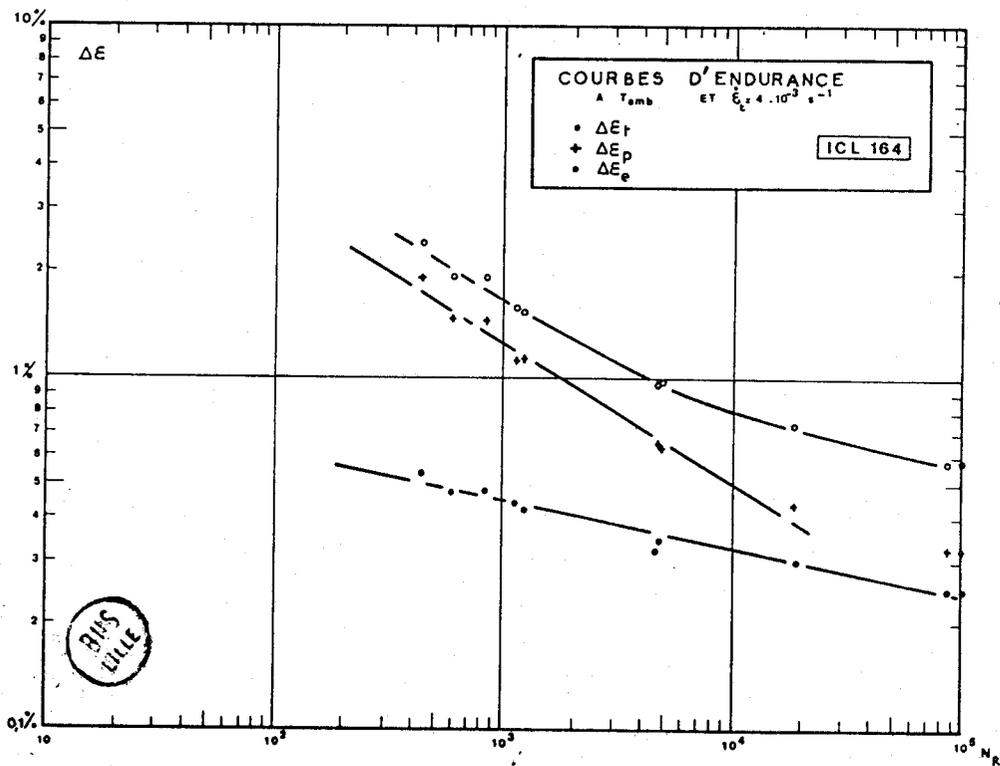




a : écoulement cyclique et monotone

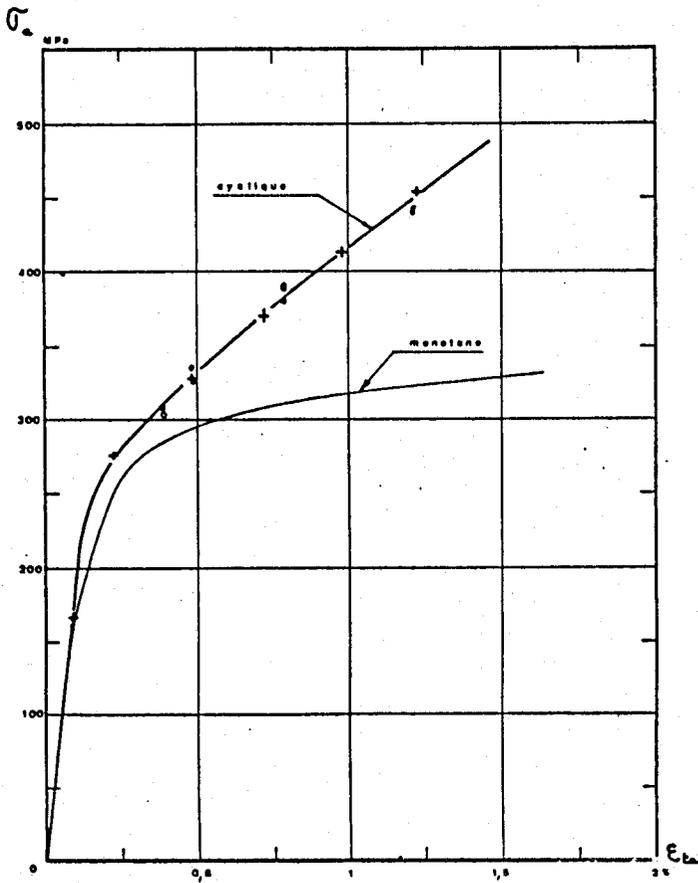


b : évolution des contraintes en fonction de % N_R

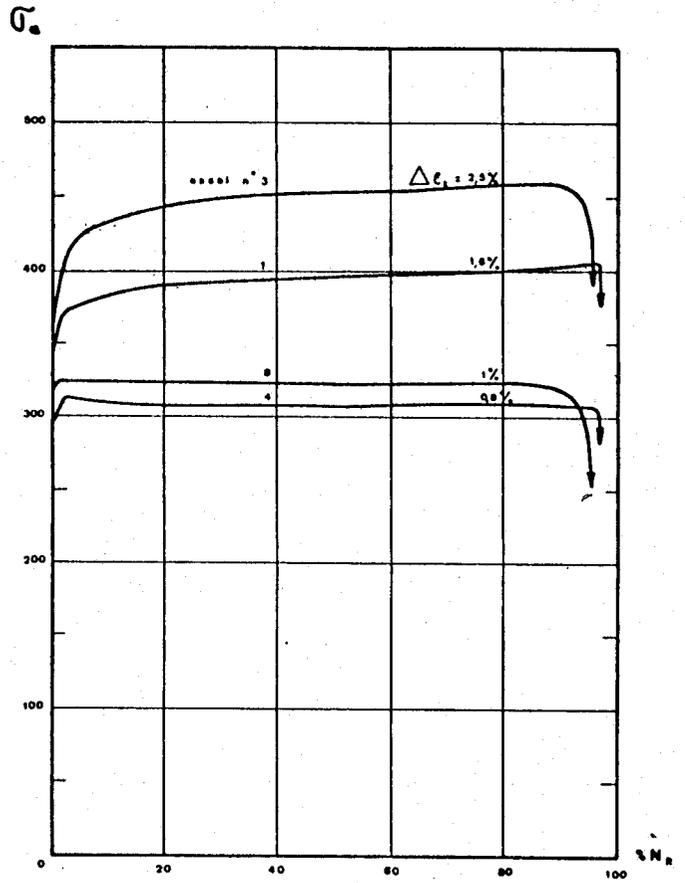


c : résistance à la fatigue

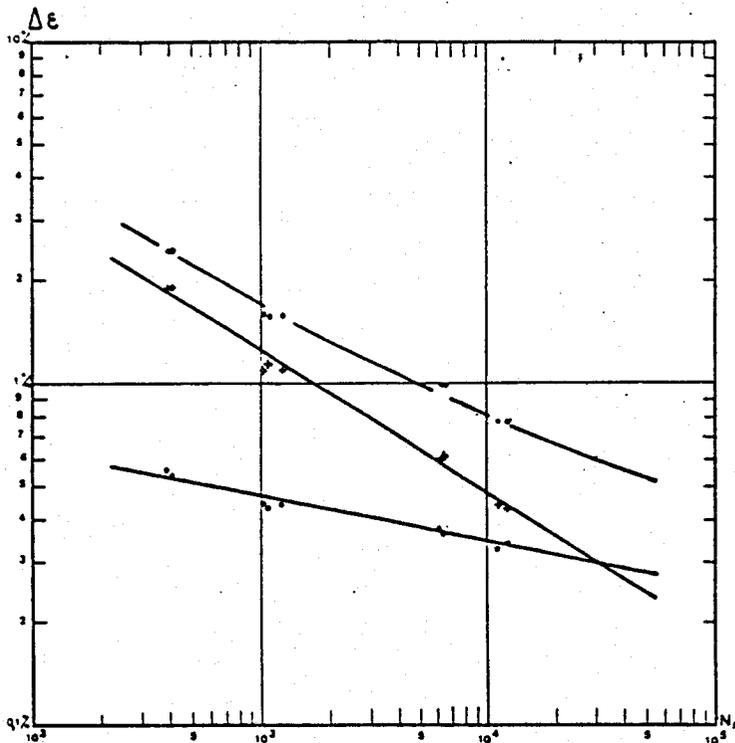
FIGURE III-2.B



a : écoulement cyclique et monotone



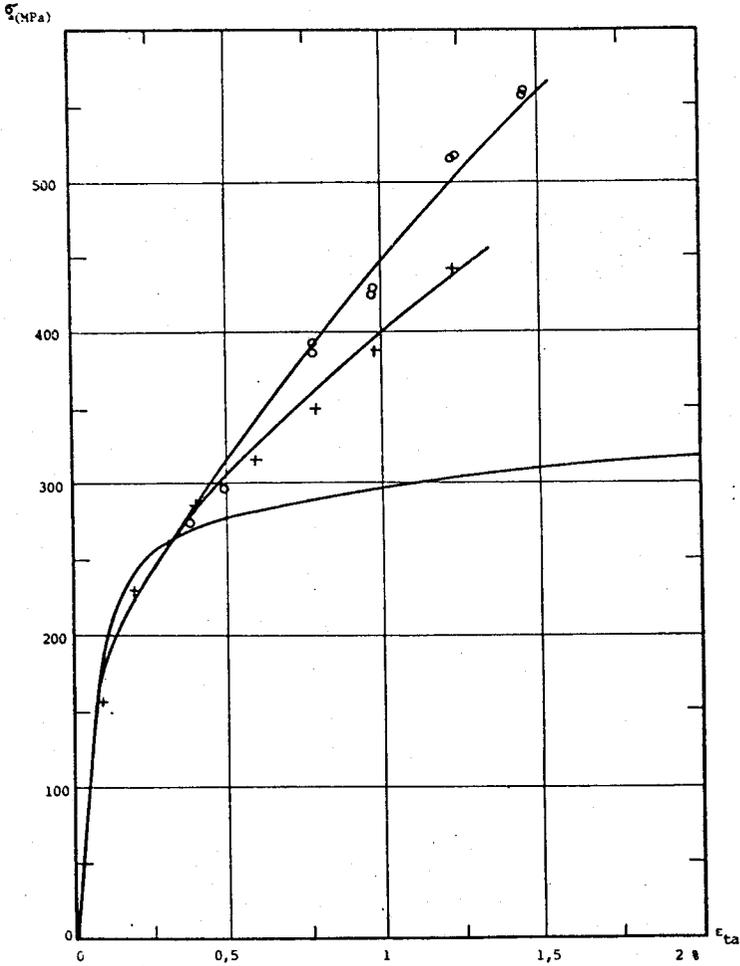
b : évolution des contraintes en fonction de % N_R



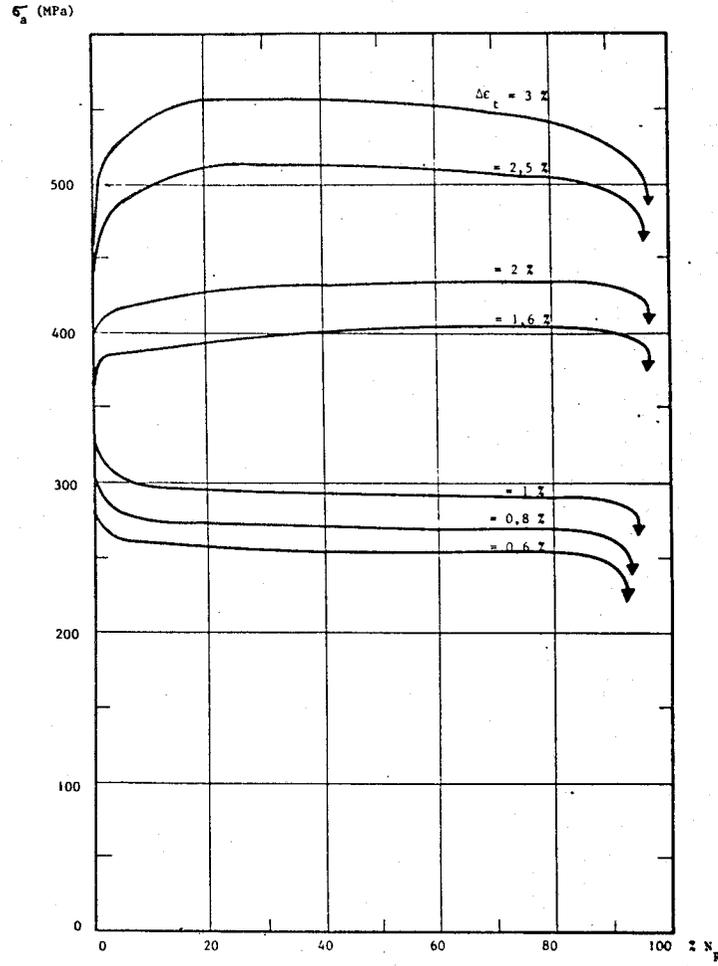
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.C

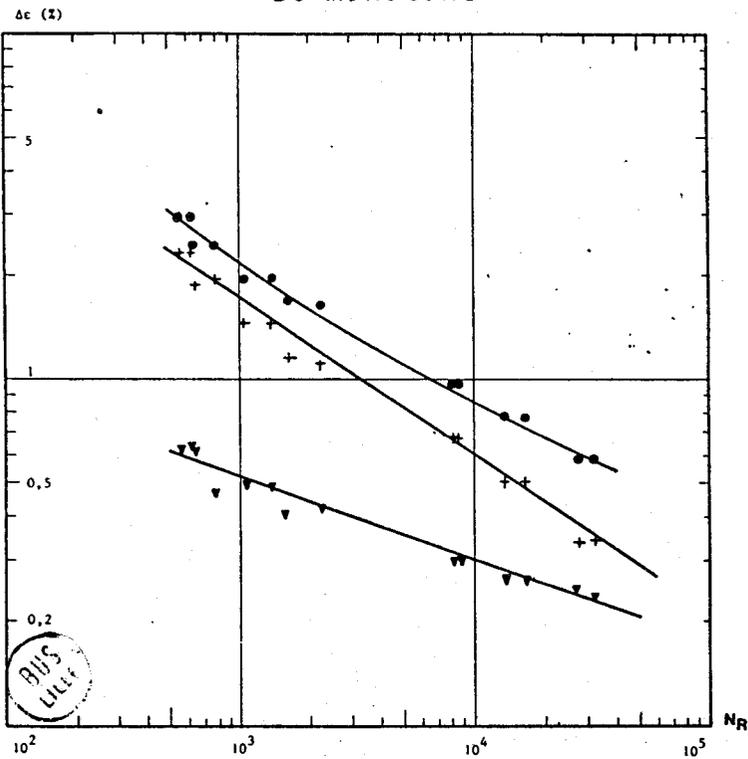




a : écoulement cyclique et monotone

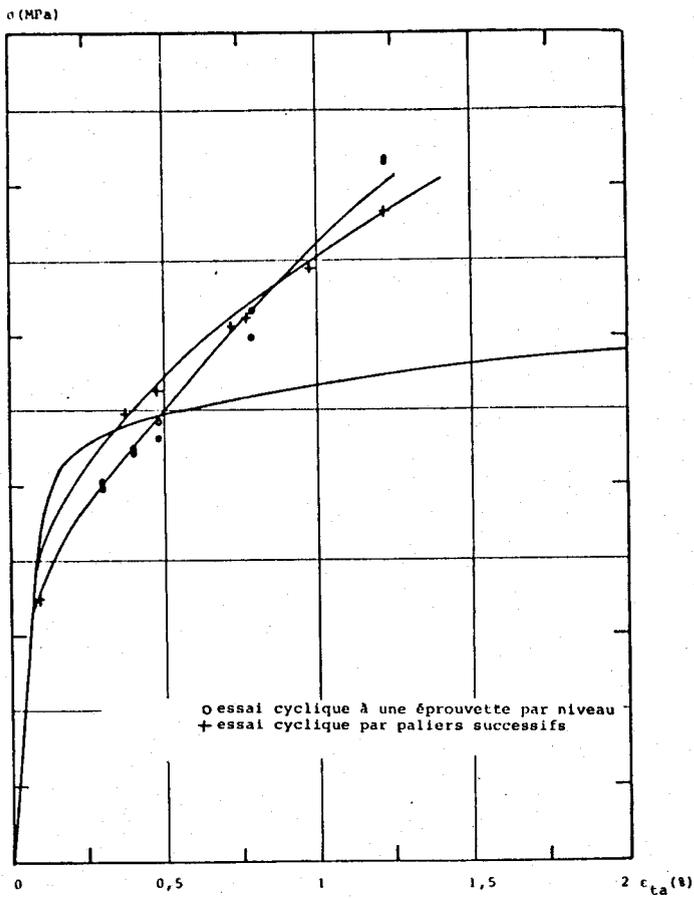


b : évolution des contraintes en fonction de % N_R

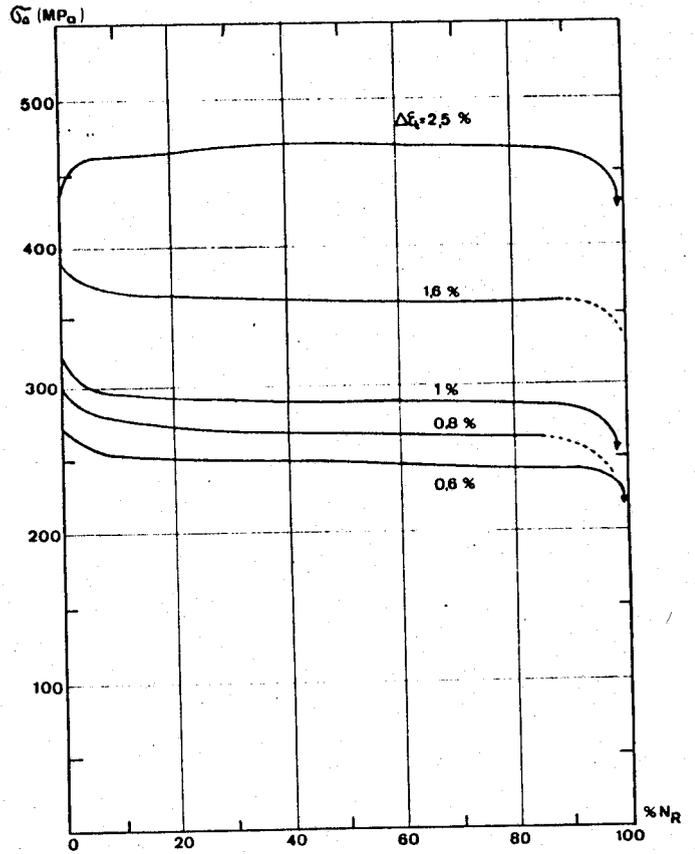


c : résistance à la fatigue

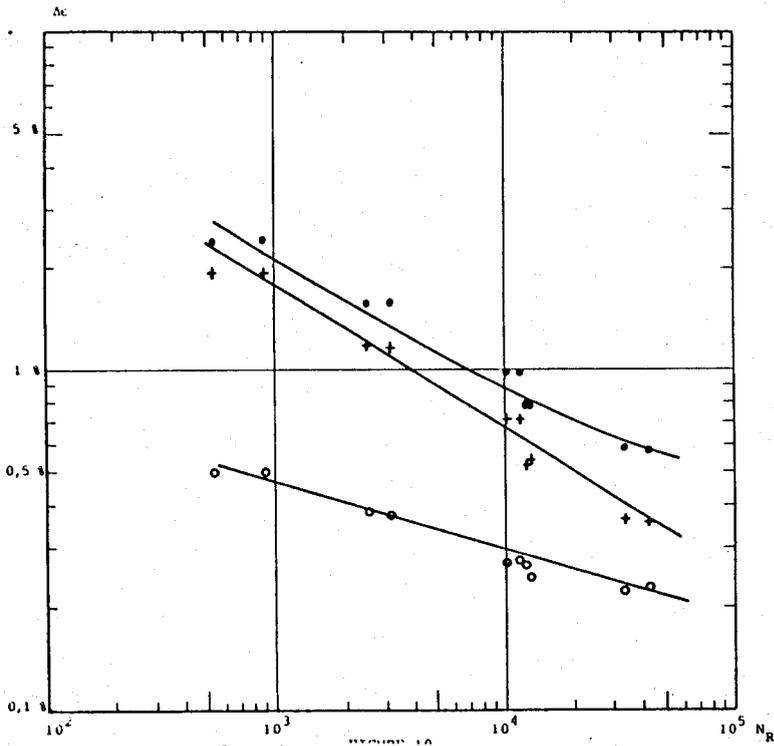
FIGURE III-2.D



a : écoulement cyclique et monotone



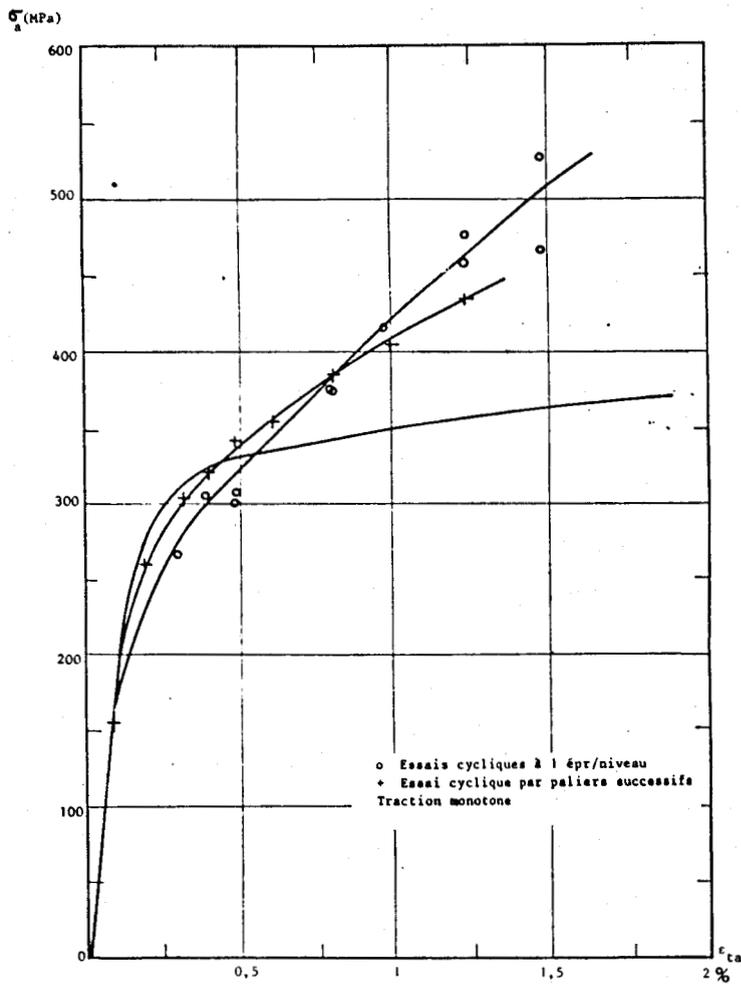
b : évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$



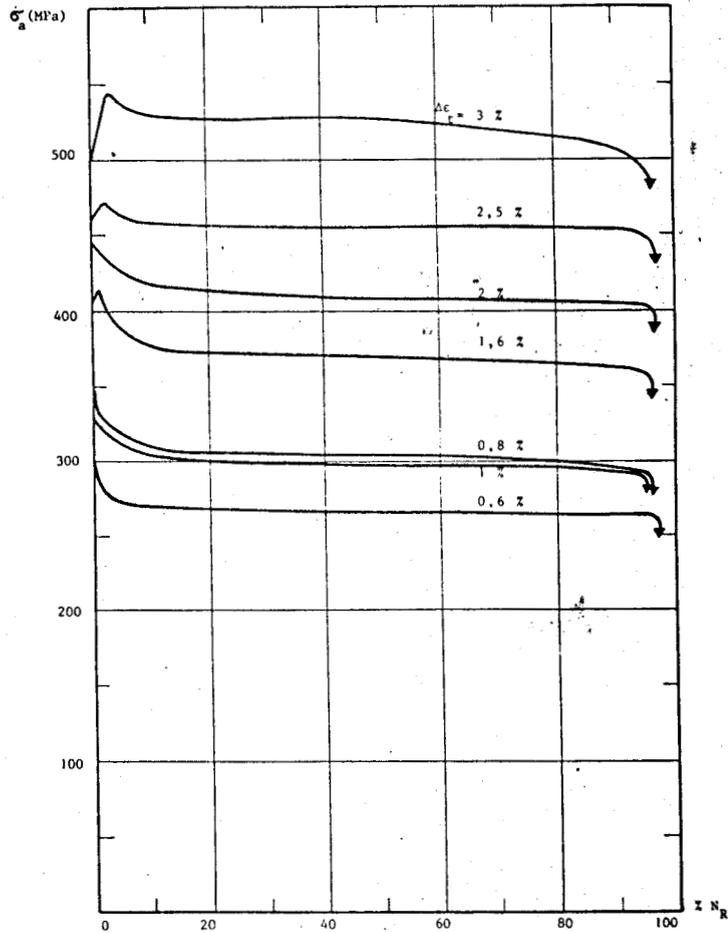
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.E

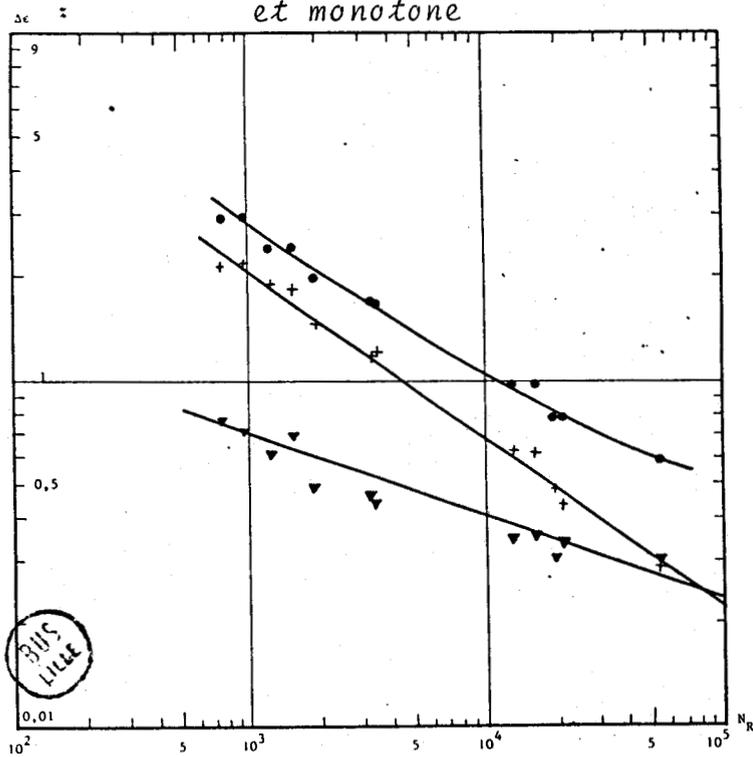




a : écoulement cyclique et monotone



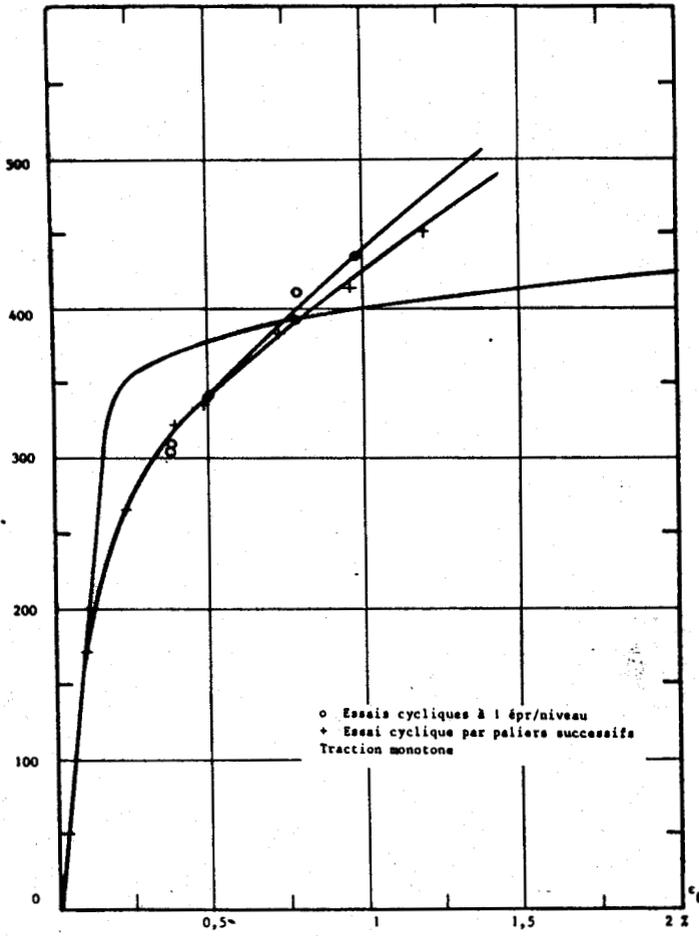
b : évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$



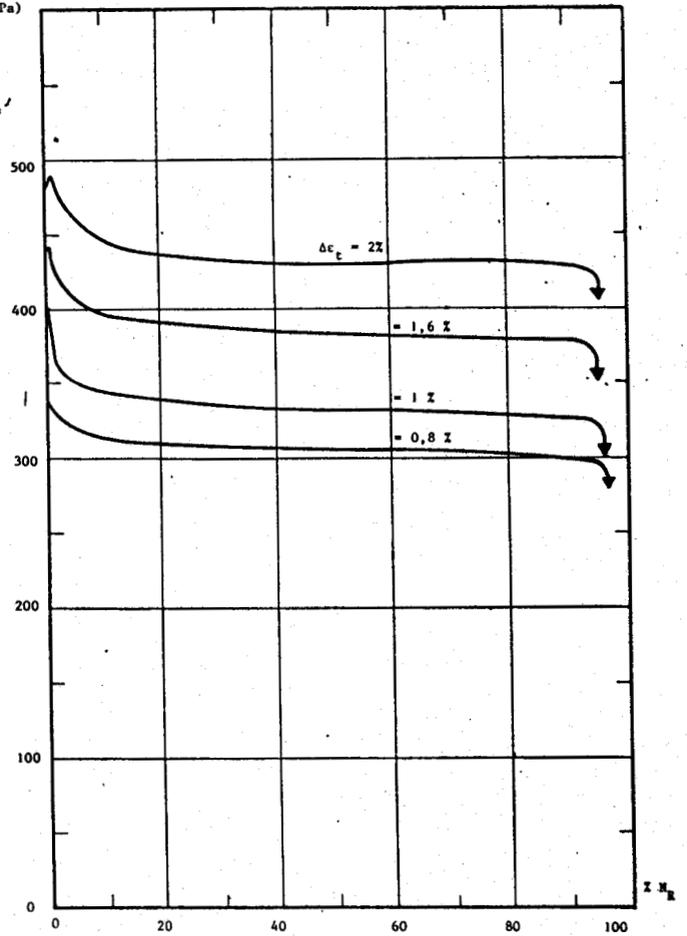
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.F

(Pa)



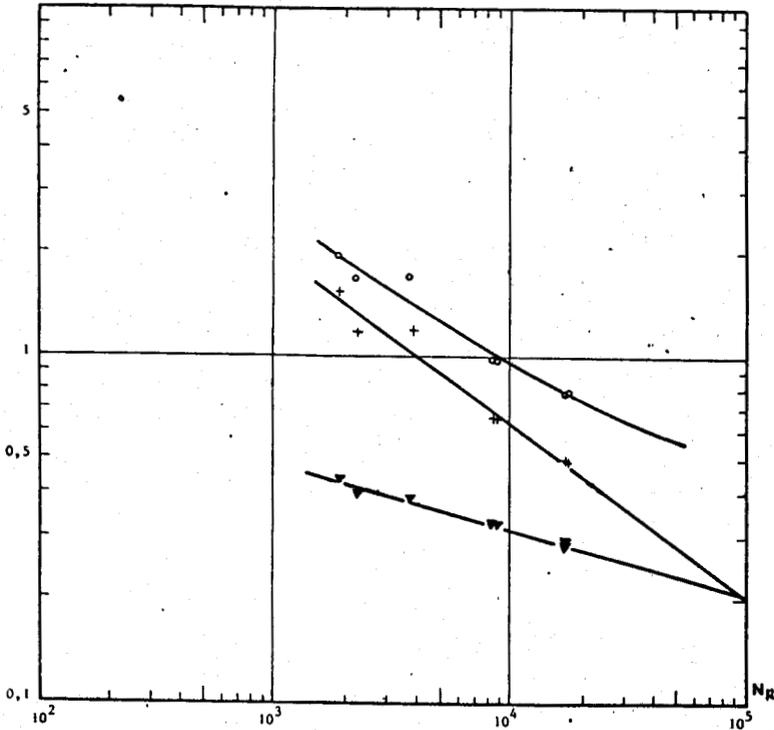
σ_a (MPa)



a : écrouissage cyclique et monotone

b : évolution des contraintes en fonction de $\frac{1}{2} N_R$

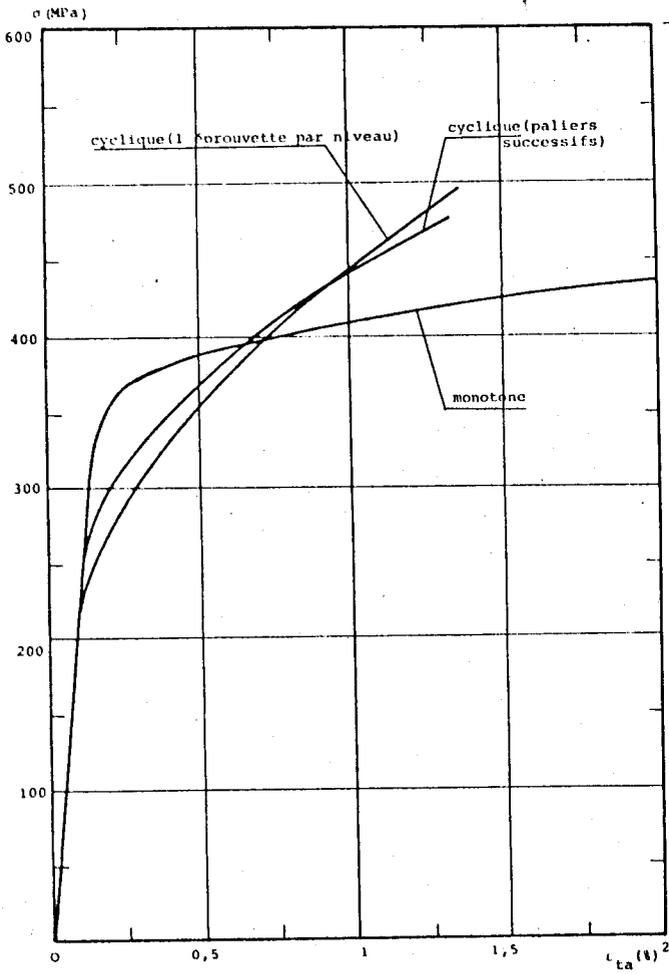
$\Delta\epsilon$ (%)



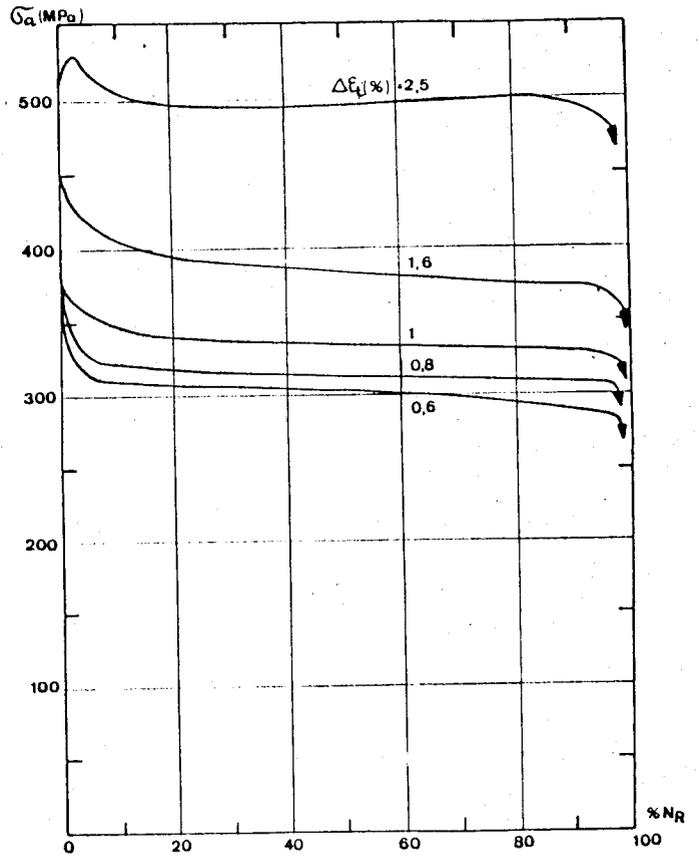
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.G

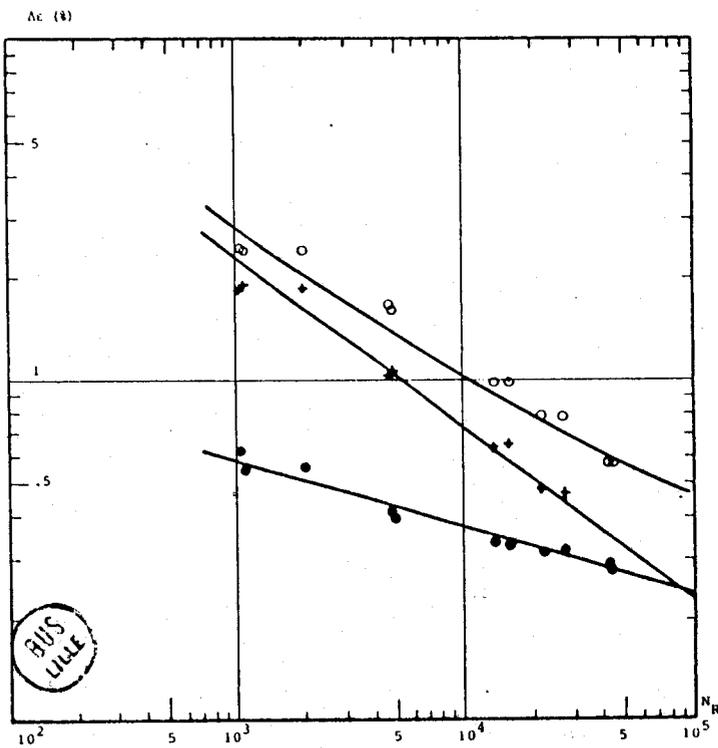




a : écouissage cyclique et monotone

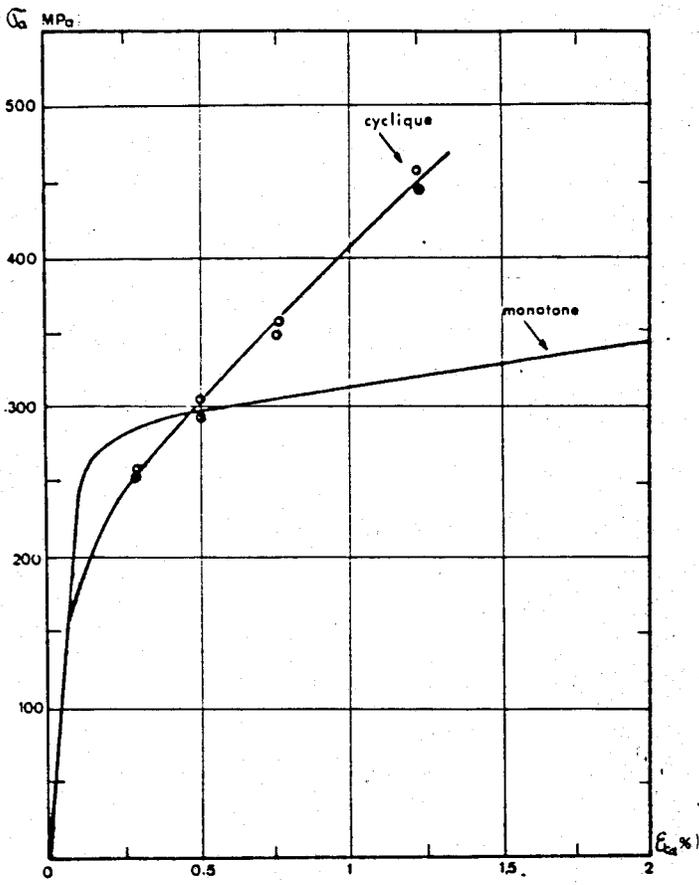


b : évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$

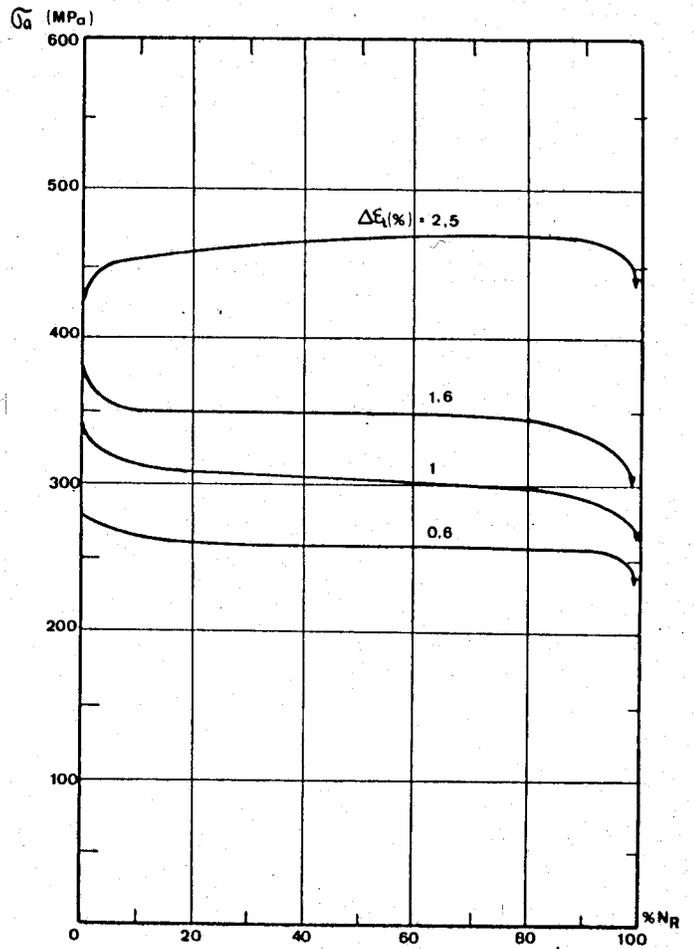


c : résistance à la fatigue

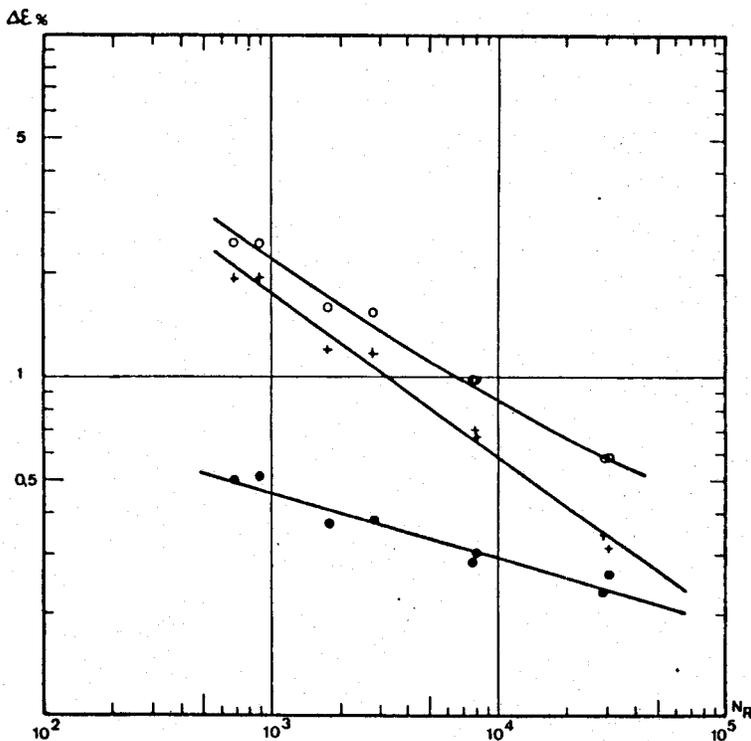
FIGURE III-2.H



a : écouissage cyclique et monotone



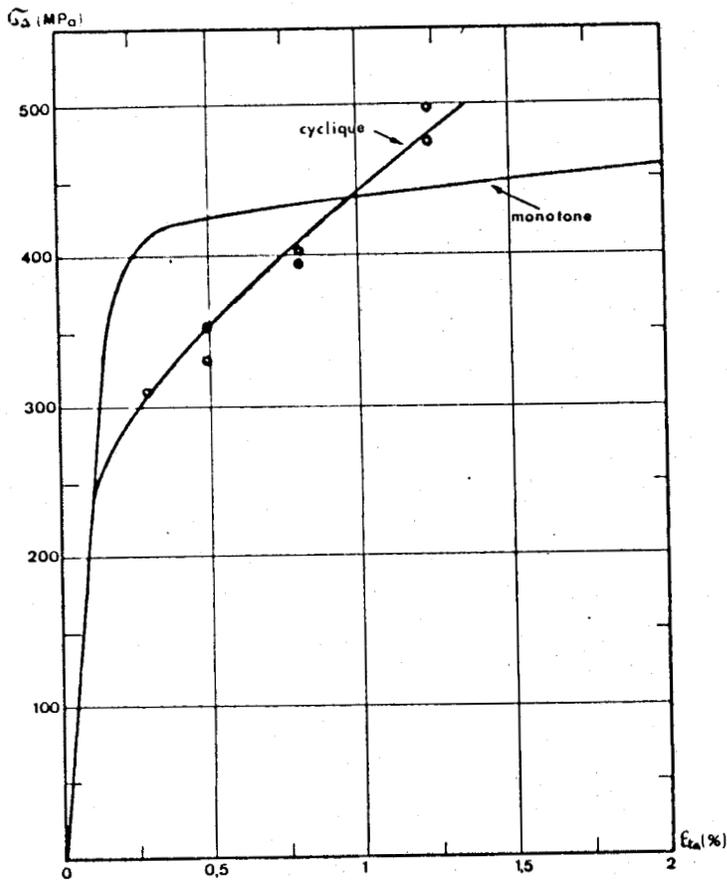
b : évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$



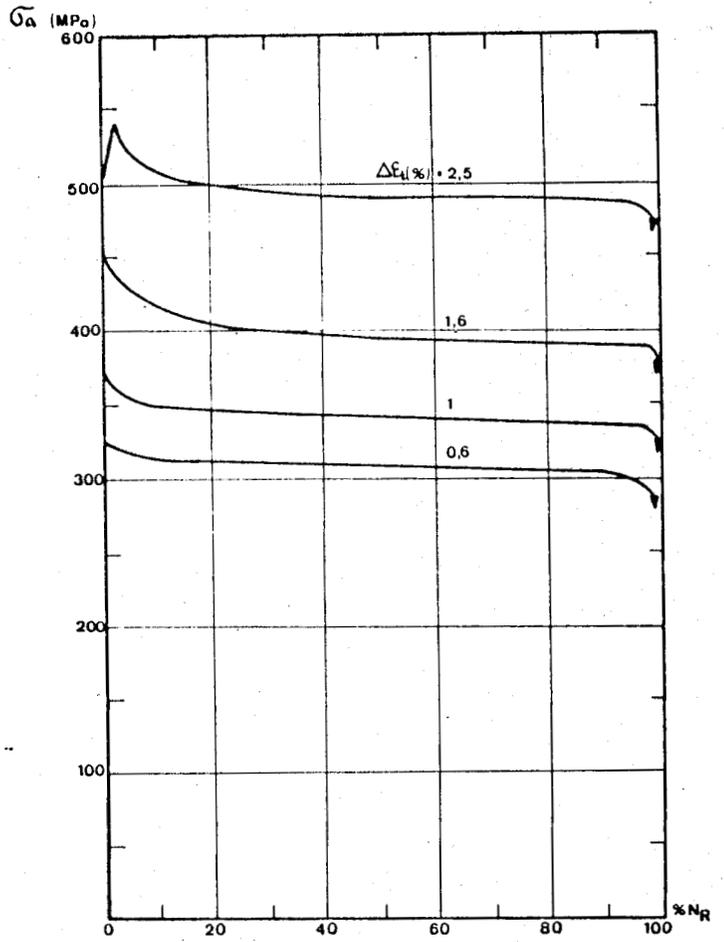
c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.EV

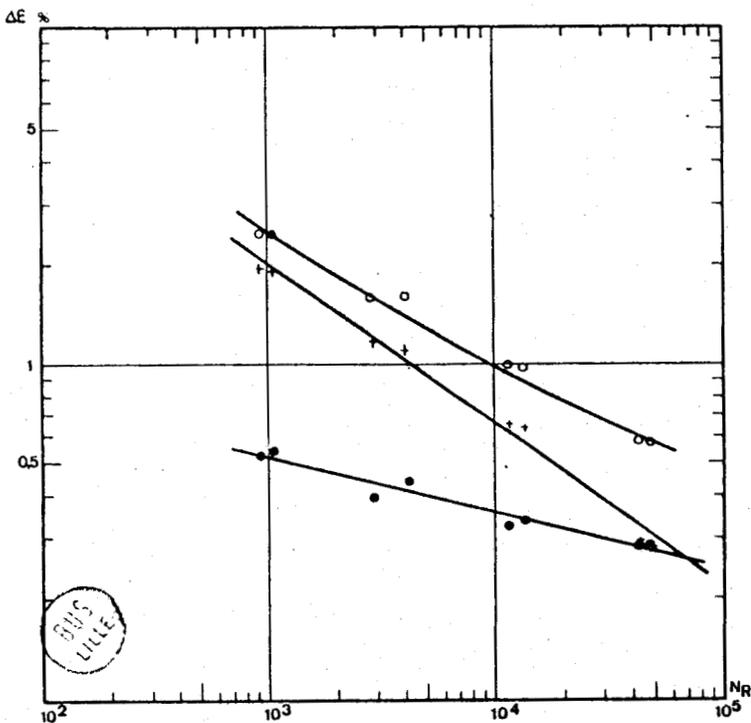




a : écoulement cyclique et monotone



b : évolution des contraintes en fonction de $\% N_R$



c : résistance à la fatigue

FIGURE III-2.HV

Les courbes d'évolution de la contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie sont représentées figures III-2 A_b à $2 HV_b$.

Ce mode de représentation donne une idée juste des durées respectives des phases d'accomodation, d'initiation et de propagation.

3.3.4. RESISTANCE A LA FATIGUE

Les courbes de résistance à la fatigue sont représentées figures III- A_c à HV_c . Les points correspondant aux variations de déformation élastique ont été lissés par la méthode des moindres carrés pour obtenir les paramètres de la loi de BASQUIN |58|.

$$\Delta \epsilon_e = C_e \cdot N_R^{-b}$$

Les points correspondant aux variations de déformation plastique ont été lissés par la méthode et donnent les paramètres de la loi de MANSO-COFFIN |59, 60|

$$\Delta \epsilon_p = C_p \cdot N_R^{-c}$$

Les équations de résistance à la fatigue s'écrivent donc :

$$\Delta \epsilon_t = \Delta \epsilon_p + \Delta \epsilon_e = C_p \cdot N_R^{-c} + C_e \cdot N_R^{-b}$$

Le tableau III-8 regroupe les 12 équations obtenues dans lesquelles la variation de déformation est exprimée en %.

Les points correspondant à la variation de contrainte σ_a en fonction du nombre de cycles à rupture N_R sont alignés en diagramme bilogarithmique; lissés par la méthode des moindres carrés, ils donnent les paramètres de la loi d'endurance :

$$\sigma_a = D \cdot N_R^{-d}$$

Ces 12 équations, dans lesquelles σ_a est exprimée en MPa sont regroupées dans le tableau III-8

ACIER	Equation de résistance à la fatigue	Loi d'endurance
A	$\Delta\epsilon_t = 23,13 N_R^{-0,418} + 1,212 N_R^{-0,132}$	$\sigma_a = 860 N_R^{-0,111}$
B	$\Delta\epsilon_t = 19,79 N_R^{-0,399} + 1,137 N_R^{-0,135}$	$\sigma_a = 1125 N_R^{-0,148}$
C	$\Delta\epsilon_t = 21,38 N_R^{-0,413} + 1,137 N_R^{-0,130}$	$\sigma_a = 816 N_R^{-0,105}$
D	$\Delta\epsilon_t = 37,91 N_R^{-0,450} + 2,58 N_R^{-0,233}$	$\sigma_a = 1752 N_R^{-0,190}$
E	$\Delta\epsilon_t = 36,3 N_R^{-0,438} + 1,96 N_R^{-0,211}$	$\sigma_a = 1340 N_R^{-0,165}$
F	$\Delta\epsilon_t = 57,89 N_R^{-0,484} + 3,225 N_R^{-0,230}$	$\sigma_a = 1337 N_R^{-0,151}$
G	$\Delta\epsilon_t = 58,85 N_R^{-0,492} + 1,79 N_R^{-0,230}$	$\sigma_a = 1381 N_R^{-0,155}$
H	$\Delta\epsilon_t = 80,64 N_R^{-0,520} + 2,35 N_R^{-0,200}$	$\sigma_a = 1249 N_R^{-0,140}$
EV	$\Delta\epsilon_t = 47,70 N_R^{-0,480} + 1,78 N_R^{-0,197}$	$\sigma_a = 1174 N_R^{-0,150}$
HV	$\Delta\epsilon_t = 57,74 N_R^{-0,486} + 1,59 N_R^{-0,163}$	$\sigma_a = 1070 N_R^{-0,118}$

TABLEAU III-8

Equations de résistance à la fatigue et lois d'endurance



C H A P I T R E I V

DISCUSSION DES RESULTATS

4.1. TRACTION MONOTONE

4.1.1. INFLUENCE DES INTERSTITIELS

Les courbes de traction monotone ($\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$) des divers aciers hypertrempés sont représentées figure IV-1.

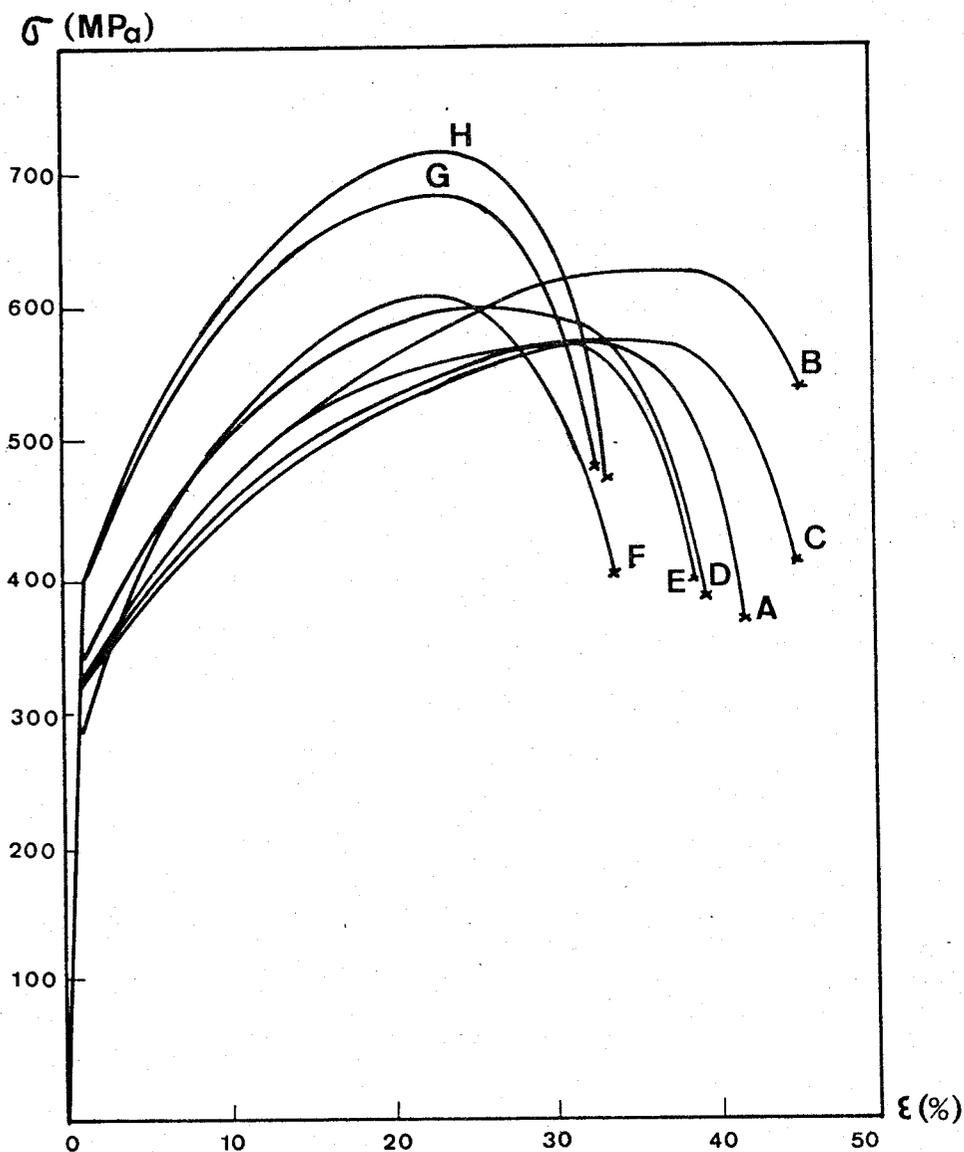


FIGURE IV-1

Courbes de traction monotone des aciers hypertrempés



La figure IV-2 permet de représenter l'évolution de la limite élastique à 0,2 % de déformation plastique ($Re_{0,2}$) de la charge à rupture (R_m) et des paramètres de ductilité (allongement à rupture A , coefficient de striction Σ) en fonction de la teneur en interstitiels (azote + carbone).

On observe une augmentation de la limite élastique et de la charge à rupture avec la teneur mais ceci s'accompagne d'une baisse de la ductilité.

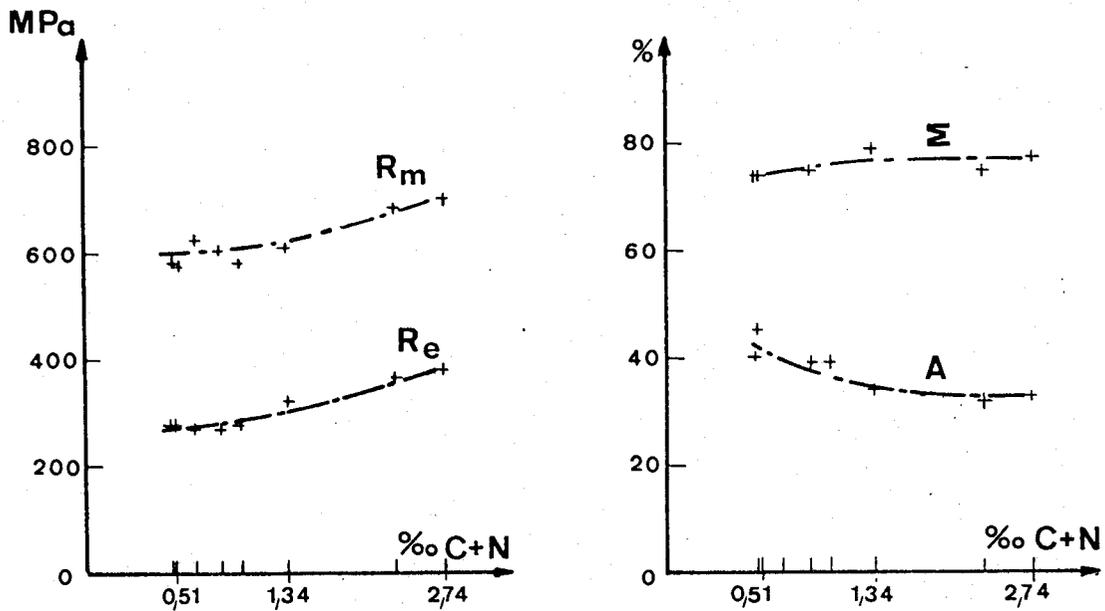


FIGURE IV-2

Evolution de $Re_{0,2}$, R_m , A et Σ en fonction de la teneur en interstitiels (azote + carbone)

Afin d'isoler le rôle de l'azote interstitiel, nous avons tracé l'évolution de ces caractéristiques en fonction de la teneur en azote en sélectionnant les aciers à teneur en carbone sensiblement constante (aciers A, D, E, F, G, H) (figure IV-3).

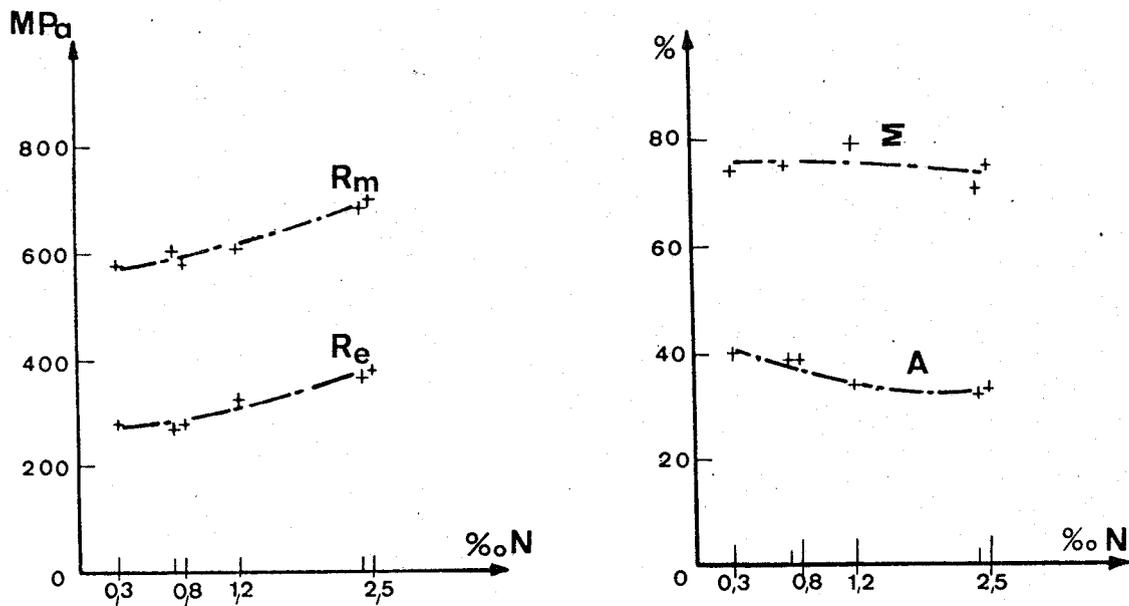


FIGURE IV-3

Evolution de $Re_{0,2}$ %, R_m et A en fonction de la teneur en azote interstitiel

L'azote augmente la limite élastique et la charge à rupture mais aux dépens de la ductilité. Ces résultats sont conformes à ceux rencontrés dans la littérature [23,24,26].

Compte tenu de la faible différence entre la taille de grain de ces matériaux (facteur 5 au maximum), les effets de taille de grain sur la limite élastique sont négligés contrairement à l'analyse de GOODELL [26] et NORSTRÖM [27].

Quant à l'effet du carbone, il n'est pas possible de tirer des conclusions précises compte tenu du faible nombre de valeurs expérimentales.

Notons cependant que lorsqu'on passe de la nuance à 0,020 % C (acier A) à la nuance à 0,053 % C (acier B), on augmente de 8 % la charge à rupture. En revanche, la limite élastique est inchangée (les aciers A et B ont la même teneur en azote).

4.1.2. INFLUENCE D'UN VIEILLISSEMENT

L'influence d'un vieillissement de 2000 heures à 600°C effectué sur les aciers E et H est mise en évidence par comparaison des matériaux respectivement hypere trempés (E et H) et vieillis (EV et HV).

Pour ces matériaux, les essais de traction ont été systématiquement doublés à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_2^0$ ($= 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Les variations observées de la limite élastique et de la charge à rupture ($\approx 10\%$) sont égales à la dispersion expérimentale et ne peuvent être attribuées au traitement thermique. Nous avons par ailleurs constaté que les mesures de microdureté étaient du même ordre de grandeur pour les matériaux hypere trempés et vieillis.

Cette absence d'effets constatée sera discutée au paragraphe 4.2.5.

4.2. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

4.2.1. INFLUENCE DU CARBONE

Au vu des résultats des essais sur les aciers A, B et C, pratiquement dépourvus d'azote, il est possible d'apprécier l'influence du carbone sur le comportement cyclique des aciers austénitiques inoxydables.

4.2.1.1. Ecrouissage cyclique

Les courbes d'écrouissage monotone et cyclique de la figure IV-4 mettent en évidence un durcissement cyclique par rapport à l'écrouissage monotone dès que $\Delta\epsilon_t$ est supérieur à 1 %.

Pour l'acier B, on note un adoucissement cyclique par rapport à l'écrouissage monotone en deçà de 1 %.

4.2.1.2. Evolution des contraintes

La vie de l'éprouvette peut être décomposée en 3 phases :

- une phase d'accommodation
- une phase de stabilisation
- une phase de propagation de fissures

Au cours de la période d'accommodation, on constate une consolidation importante durant les 10 premiers cycles environ, qui se poursuit à un taux moindre. Cette période couvre environ 2,5 % de la durée de vie (figure III-2A_b à 2H_b). Cette consolidation est d'autant plus intense que le niveau de déformation est élevé.

Après cette forte consolidation, le matériau durcit encore pour atteindre une période de quasi stabilisation, d'autant plus rapidement que le niveau de déformation est faible.

La propagation macroscopique d'une (ou de plusieurs) fissure principale se traduit par une chute de contrainte couvrant environ 5 % de la durée de vie.

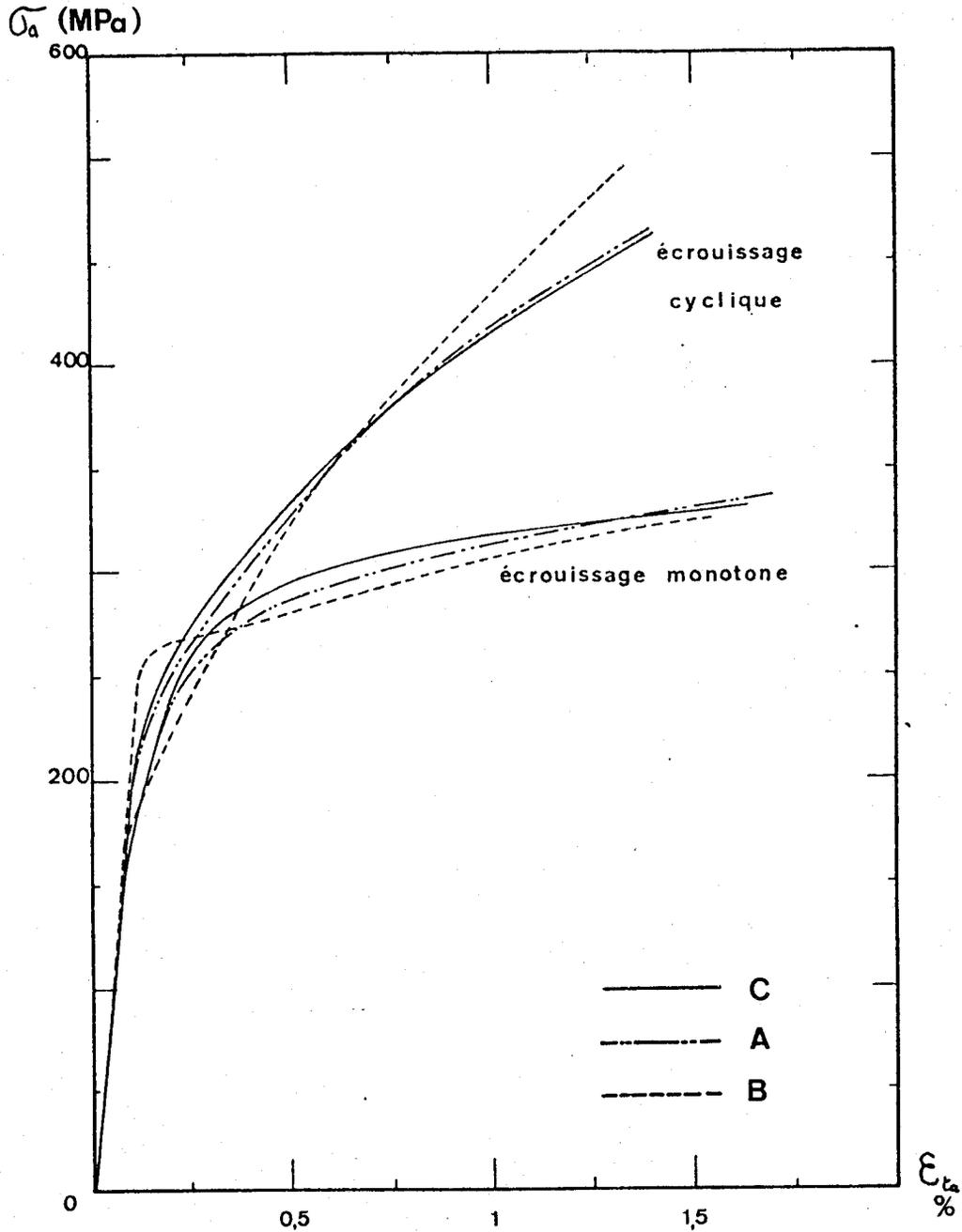


FIGURE IV-4

Influence du carbone sur les courbes de consolidation monotone et cyclique

4.2.1.3. Résistance à la fatigue oligocyclique

Les courbes de MANSION COFFIN des 3 matériaux considérés sont tracées figure IV-5.

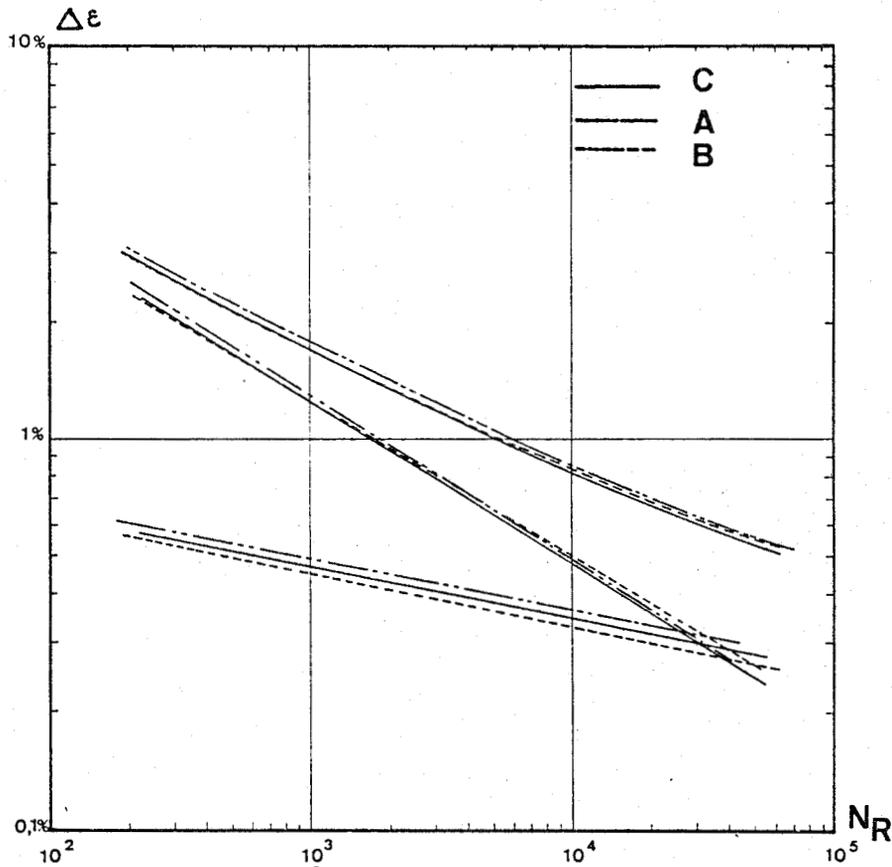


FIGURE IV-5

Influence du carbone sur les courbes de MANSION-COFFIN

Le matériau B présente un comportement similaire à celui du matériau C aux fortes déformations et à celui du matériau A aux faibles déformations.

Cependant, compte tenu de la dispersion inhérente à ce type d'essais, nous ne pouvons pas conclure qu'un effet bénéfique sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique existe grâce à la présence de carbone interstitiel. De toute façon, une augmentation de la teneur en carbone est évitée pour ce

type de matériau en particulier en raison de la détérioration de la résistance à la corrosion. L'amélioration éventuelle de la résistance en fatigue oligocyclique n'a qu'un intérêt académique.

4.2.2. INFLUENCE DE L'AZOTE

4.2.2.1. Écrouissage cyclique

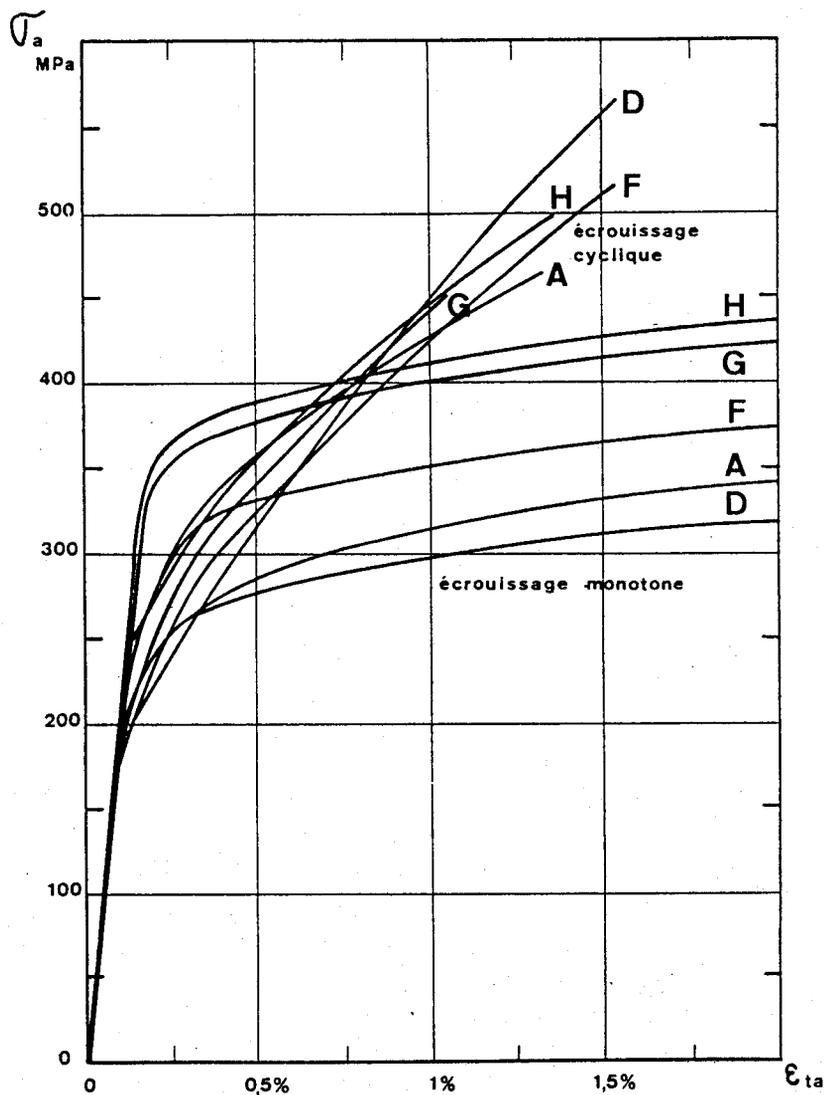


FIGURE IV-6

Influence de l'azote sur les courbes d'écrouissage monotone et cyclique

Les courbes d'érouissage cyclique de la figure IV-6 montrent un adoucissement cyclique à basse déformation et un durcissement cyclique à forte déformation par rapport à l'érouissage monotone (correspondant au premier quart de cycle d'un essai de fatigue).

Cet érouissage cyclique est pratiquement identique pour les 5 aciers.

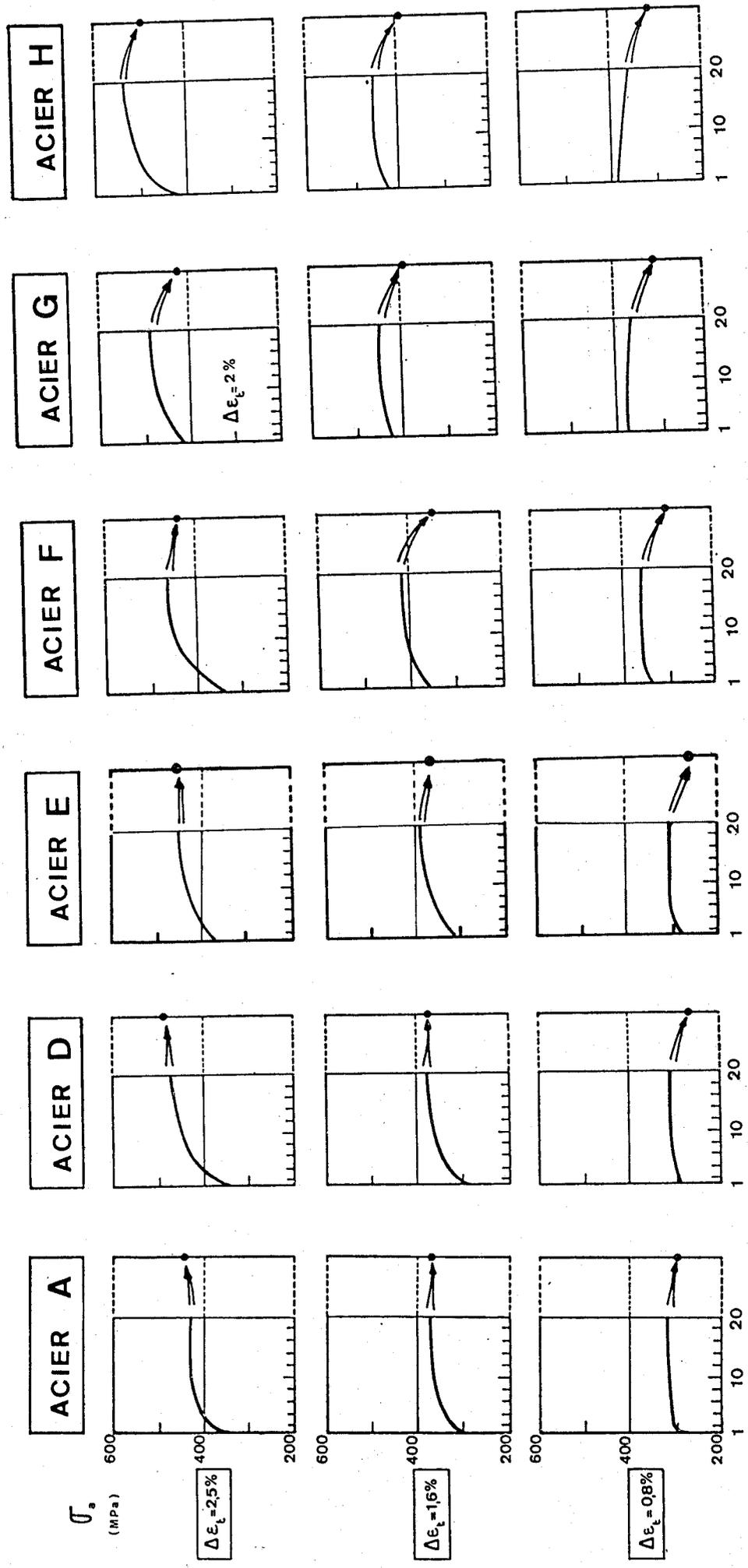
4.2.2.2. Evolution des contraintes

On distingue deux types d'évolution des contraintes au cours du cyclage : l'un aux faibles teneurs et l'autre aux fortes teneurs en azote. Dans tous les cas, les périodes d'accommodation, de stabilisation et de propagation seront discutées au vu des figures III.2A_b à 2HV_b.

Ces analyses classiques présentent néanmoins l'inconvénient de masquer en partie l'évolution des contraintes au cours des tout premiers cycles; nous proposons donc une représentation mieux adaptée de ces premiers cycles (figure IV-7).

On constate sur ces figures l'existence d'une période de quasi stabilisation qui va de quelques % (toujours < 20 %) à 80-90 % N_R environ. La pente de la courbe est faible et varie peu. Nous convenons d'apprécier la fin de la période d'accommodation et le début de la période de propagation par les seuils à partir desquels la pente de la courbe varie vite : par exemple pour le matériau D à $\Delta\epsilon_t = 3 \%$, la fin de la période d'accommodation est appréciée à 20 % N_R et à $\Delta\epsilon_t = 0,6 \%$, à 8 % N_R.

Pour les faibles quantités d'azote (aciers A, D et E), la période d'accommodation du matériau croît avec la teneur en azote et avec le niveau de déformation imposé (de 2 à 3 % pour l'acier A, de 10 à 20 % pour l'acier D). Ce stade se caractérise par un durcissement au cours des tout premiers cycles (Fig. IV-7), d'autant plus intense que



● 20 % NR

FIGURE IV-7

Evolution de la contrainte au cours des 20 premiers cycles

$\Delta\epsilon_t$ est élevé, qui, à forte déformation, se poursuit jusqu'à la quasistabilisation et, aux faibles déformations, est prolongé par un adoucissement d'autant plus intense que le niveau de déformation est faible. La période de "quasistabilisation" de la contrainte est caractérisée à faible $\Delta\epsilon_t$, par un très léger adoucissement, à $\Delta\epsilon_t$ moyen par une stabilisation réelle, et à fort $\Delta\epsilon_t$, par un très léger durcissement pour l'acier A, et par un très léger adoucissement pour les aciers D et E.

Pour les plus fortes quantités d'azote (Aciers F, G et H), la période d'accommodation du matériau dure environ 15 % N_R . Elle se caractérise par deux phases successives : un durcissement durant les tout premiers cycles, suivi d'un adoucissement, tous deux d'autant plus intenses que la teneur en azote est élevée. La période de "quasistabilisation" de la contrainte présente un très léger adoucissement tendant vers la stabilisation lorsque $\Delta\epsilon_t$ augmente. La période dite de "propagation" est particulièrement longue pour l'acier H tandis qu'elle est de l'ordre de 5 % N_R pour les autres aciers.

Afin de mieux visualiser les durcissements et adoucissements constatés au cours des essais, nous avons défini :

- le durcissement maximum au cours de l'essai :

$$d_{\max} = \sigma_a \max - \sigma_{ao}$$

- le durcissement à 20 % N_R

$$d_s = \sigma_a - \sigma_{ao}$$

où σ_{ao} est l'amplitude de contrainte initiale, $\sigma_a \max$ l'amplitude de contrainte maximale au cours du cyclage et σ_a l'amplitude quasiment stabilisée (à 20 % N_R).

Nous avons alors tracé (Figure IV-8) d_{\max} et d_s en fonction du pourcentage d'azote, aux niveaux de déformation $\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$; 1,6 % et 2,5 % pour les aciers A, D, F, G et H. Nous avons omis le matériau E à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ à cause de la forte dispersion entre les valeurs des contraintes.

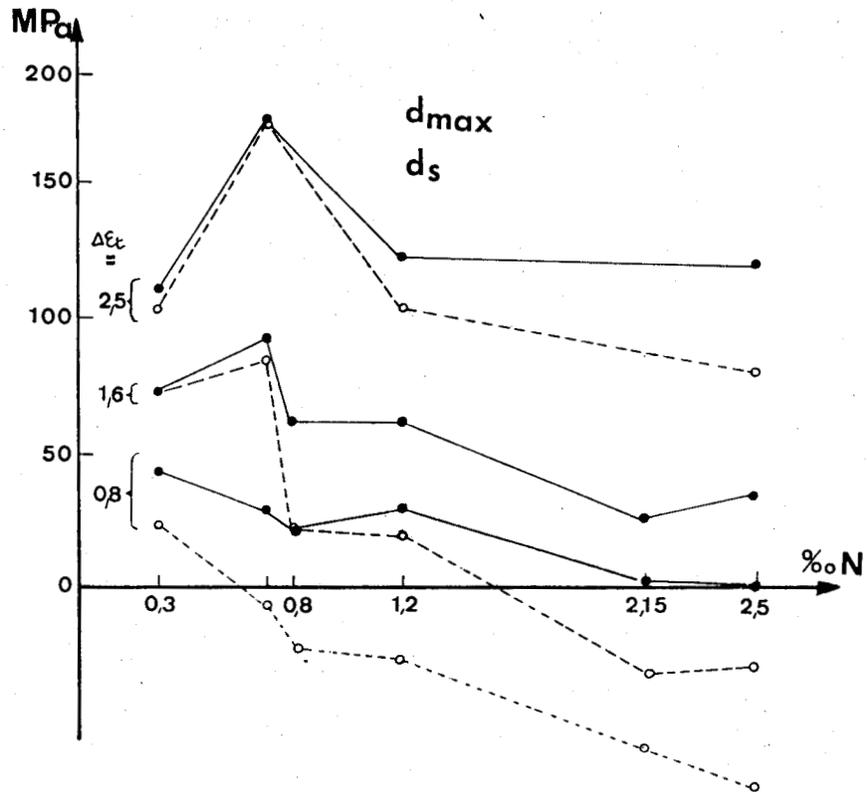


FIGURE IV-8

Durcissement au cours du cyclage en fonction de la teneur en azote

On constate figure IV-8 que le durcissement maximum est obtenu pour l'acier D à forte déformation et pour l'acier A à basse déformation. Les durcissements maximum et à 20 % N_R diminuent avec la teneur en azote, pour les aciers D, F, G et H. Ils traduisent même, à faible déformation et aux fortes teneurs en azote un adoucissement au cycle stabilisé par rapport au cycle initial. Ceci signifie qu'au-dessus d'environ 0,1 % d'azote, le durcissement créé par l'écroutissage monotone du premier quart de cycle, bien que renforcé par les tout premiers cycles appliqués, est progressivement perdu au cours du cyclage ultérieur.

Ces résultats sont conformes au comportement en fatigue oligocyclique des solutions solides initialement recuites, décrit par PINEAU [43], pour les aciers A, D, et E à fortes déformations : à savoir un durcissement progressif jusqu'à un régime stable correspondant à une contrainte de saturation

quasiment constante. Ce fort durcissement est associé à une augmentation de la densité de dislocations et à la création de défauts ponctuels. Pour les teneurs en azote plus élevées (aciers F, G et H), le durcissement initial est suivi d'un fort adoucissement, avant stabilisation de la contrainte.

4.2.2.3. Résistance à la fatigue oligocyclique

Nous avons regroupé figure IV-9 les courbes de résistance à la fatigue oligocyclique des aciers A, D, F, G et H, hypertexturés. Les points correspondant au matériau E n'ont pas été placés compte tenu de leur grande dispersion expérimentale. Toutefois, la courbe moyenne associée s'intercale entre celle du matériau D et celle du matériau G.

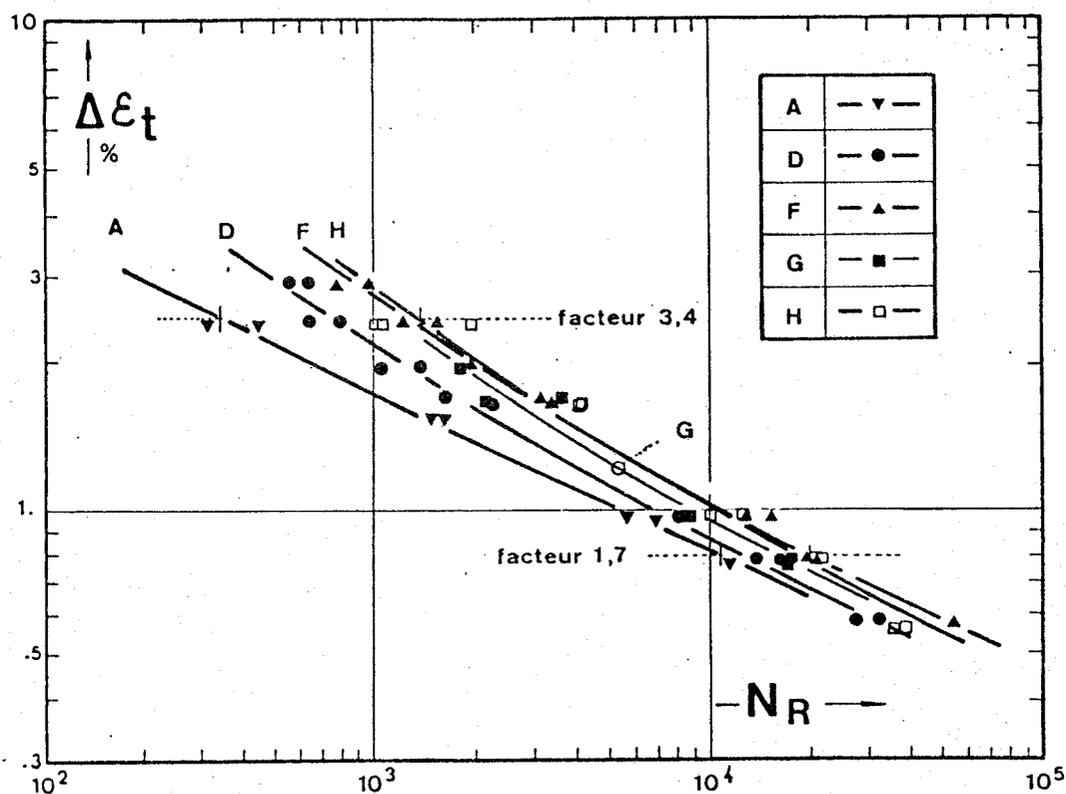


FIGURE IV-9

Influence de l'azote sur les courbes de résistance à la fatigue oligocyclique

Ces courbes montrent qu'à même niveau de déformation totale imposée, les durées de vie augmentent avec la teneur en azote et ce, d'autant plus que le niveau $\Delta\epsilon_t$ est élevé. Les moindres durées de vie obtenues en ce qui concerne l'acier G s'expliquent par les hétérogénéités d'élaboration, confirmées par examen des faciès de rupture au microscope électronique à balayage. Si les gains en durée de vie à fort $\Delta\epsilon_t$ sont significatifs, ceux à bas niveau le sont moins, étant donné la dispersion inhérente aux phénomènes de fatigue.

Afin de mieux comparer ces durées de vie, la figure IV-10 présente les rapports entre les durées de vie des aciers D, E, F, et H et les durées de vie de l'acier A à même niveau de déformation $\Delta\epsilon_t$ en fonction de la teneur en azote.

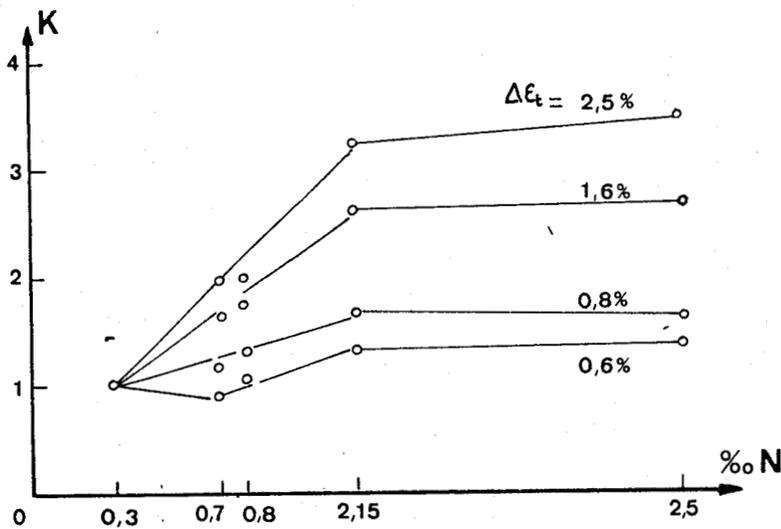


FIGURE IV-10

Rapport entre les durées de vie à même $\Delta\epsilon_t$, en fonction de la teneur en azote

Ces rapports croissent avec le niveau de déformation imposé et avec la teneur en azote. Quand $\Delta\epsilon_t$ passe de 2,5 % à 0,6 % ce rapport passe de 2 à 0,9 pour l'acier D, de 2 à 1,1 pour l'acier E, de 3,3 à 1,3 pour l'acier F et de 3,6 à 1,25 pour l'acier H. Le gain le plus considérable est obtenu lorsqu'on passe de 0,07 % N (acier D) à 0,12 % N (acier F).

Il faut noter que l'acier F (0,12 % N) a une teneur en molybdène supérieure à celle des autres aciers. Or KAWABE [34] a montré que l'effet combiné N + Mo sur le comportement en fluage à haute température (600-800°C) d'aciers austénitiques à haute résistance (Z20 CN 18-12) était supérieur à la somme des effets de l'azote et du molybdène présents séparément. Néanmoins, cet effet d'interaction bénéfique attribué à un durcissement par précipitation de nitrures Cr-Mo-N_x durant le fluage n'étant pas observé en traction aux mêmes températures, rien ne prouve qu'une interaction bénéfique N-Mo existe en traction à température ambiante.

4.2.3. FACIES DE RUPTURE

Quelques faciès de rupture en fatigue oligocyclique ont été observés à la loupe binoculaire (planche I) et au microscope électronique à balayage (planche II).

La comparaison des faciès macroscopiques de rupture aux différents niveaux de déformation, montre une évolution en fonction de la teneur en azote. Alors qu'à déformation imposée, le rapport de l'aire du faciès de rupture par fatigue à la section de l'éprouvette ne dépend pratiquement pas du pourcentage d'azote, la morphologie du faciès elle, évolue.

Pour une déformation imposée $\Delta\epsilon_t$ inférieure ou égale à 1,6 %, et pour tous les matériaux, la fissure de fatigue se propage à travers toute l'éprouvette, dans un plan perpendiculaire à l'axe.

Pour des déformations plus importantes, le faciès comporte d'une part une zone de fissuration par fatigue dont la surface est d'autant plus faible que le niveau de déformation imposé est élevé, et d'autre part une zone de rupture finale ductile en traction.

Les observations à la loupe montrent que les cupules de la partie rompue semblent diminuer en densité mais augmenter en taille quand la teneur en azote croît. Pour les nuances D, F et G on observe également la présence de cavités de grande

dimension, supérieures parfois au millimètre, à bords en forme de lèvres. Nous n'avons pas pu déterminer l'origine de ces cavités mais ces légères différences n'apparaissent que sur la partie rompue en traction simple au dernier quart de cycle.

La morphologie des faciès de rupture par fatigue est analogue pour les 4 aciers A, D, F et H .

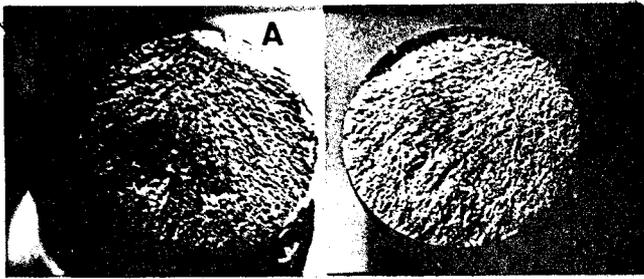
Pour la nuance G on observe la présence de plans de rupture internes, sans doute attribuables à des replis de forge (le barreau d'acier était élaboré par forgeage). Ceci est sans doute à l'origine de la réduction de durée de vie observée sur cet acier.

La zone de fissuration par fatigue, observée au microscope électronique à balayage, comporte une ou plusieurs zones d'amorçage en surface, et la propagation d'une ou deux fissures principales par stries de fatigue fragiles transgranulaires.

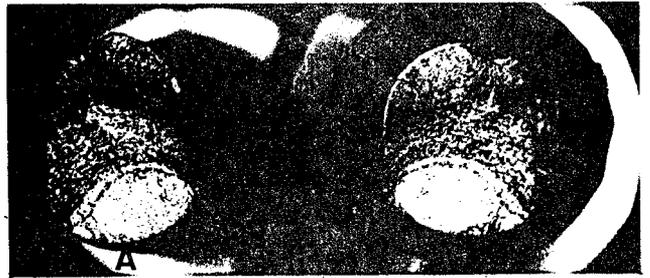
La zone rompue en traction présente un caractère de rupture ductile par cupules, avec très forte striction en surface.

4.2.4. ASPECTS MICROSTRUCTURAUX DE LA DEFORMATION

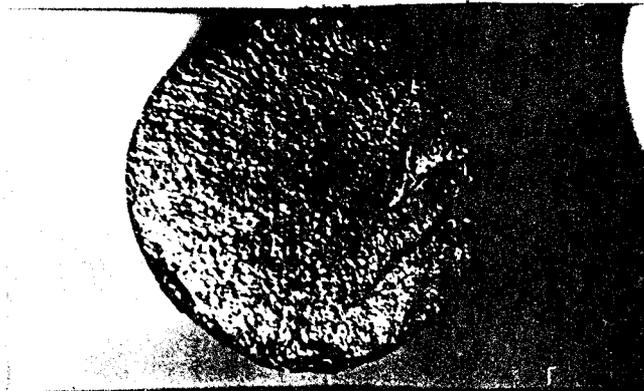
Des lames minces ont été analysées en microscopie électronique en transmission au Centre de Recherche CREUSOT-LOIRE - UNIEUX : elles ont été tirées perpendiculairement à l'axe dans la partie utile de 4 éprouvettes fatiguées jusqu'à rupture, assez loin de la surface de rupture : ces éprouvettes concernent un acier à faible teneur (0,08 %) et un acier à forte teneur (0,25 %) en azote et les niveaux de déformation extrêmes ($\Delta\epsilon_t = 0,6$ et $2,5$ %). Quatre lames minces au moins ont été examinées par éprouvette et les images caractéristiques sont rassemblées sur la planche III.



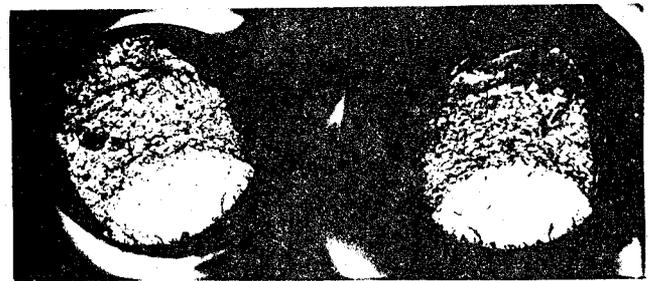
Acier A $\Delta\varepsilon_t : 0,8\%$



Acier A $\Delta\varepsilon_t : 2,5\%$



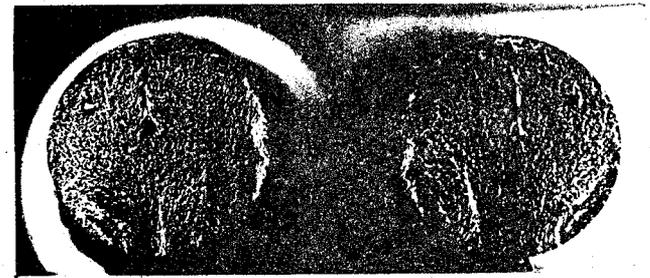
Acier F $\Delta\varepsilon_t : 1\%$



Acier F $\Delta\varepsilon_t : 2,5\%$



Acier E $\Delta\varepsilon_t : 0,8\%$



Acier E $\Delta\varepsilon_t : 1\%$



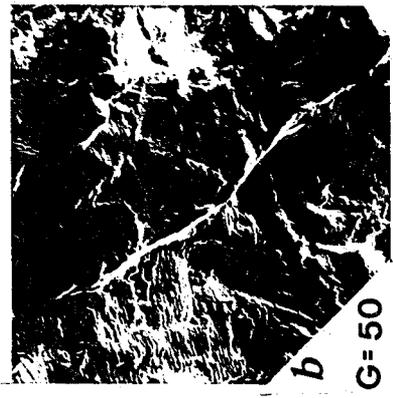
Acier E $\Delta\varepsilon_t : 1,6\%$



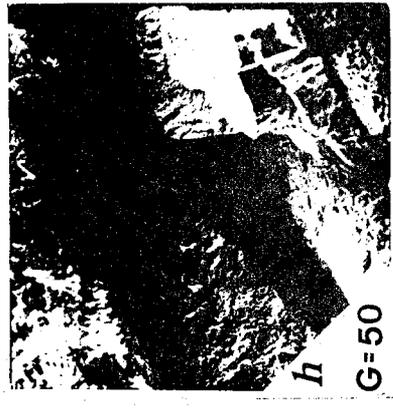
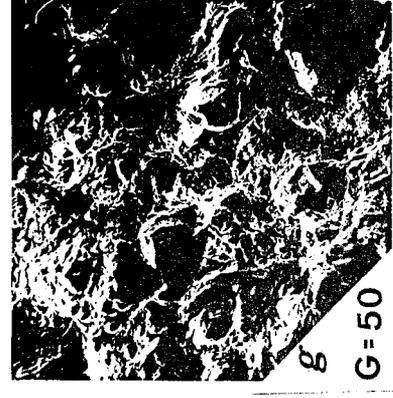
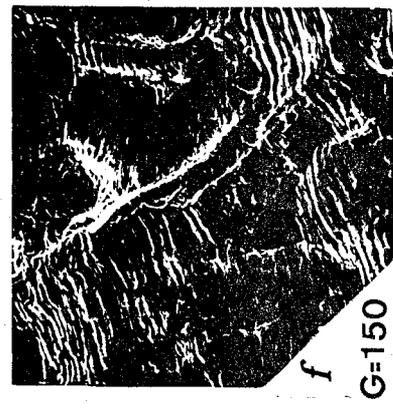
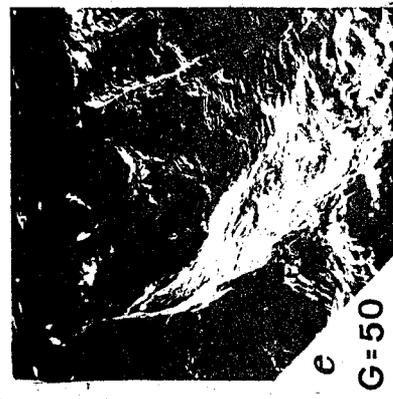
Acier E $\Delta\varepsilon_t : 2\%$

A \longrightarrow zone d'amorçage





Acier D . $\Delta \epsilon_t$: 2 % a) zone d'amorçages multiples ~ b) stries de fatigue ~ c) détail de b) ~ d) cupules ductiles . zone de rupture finale .



Acier F . $\Delta \epsilon_t$: 2,5 % e) zone d'amorçage ~ f) stries de fatigue ~ g) cupules ductiles . zone de propagation finale ~ Acier D . $\Delta \epsilon_t$: 1,6 % h) décohésions fragiles . zone de propagation .

BUS
LIT



BUS
LILLE

Planche III. Microstructures caractéristiques développées dans des éprouvettes dans l'acier E (0,08 % N) et l'acier H (0,25 % N)
a : acier E cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$; b : acier H cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$
c : acier E cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$; d : acier H cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$

208
LILLE

A fort niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$) les deux matériaux présentent une structure plutôt cellulaire de dislocations sur la majeure partie des plages étudiées. Les cellules sont dans l'ensemble beaucoup plus parfaites dans l'acier à faible azote; celui à fort azote présente des cellules moins parfaites et de nombreux écheveaux de dislocations, sa déformation semblant plus cristallographique.

A bas niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,6 \%$), l'acier faiblement chargé en azote montre, en général, une structure à tendance cellulaire, mais encore très imparfaite, et sur d'autres plages de nombreux écheveaux. L'acier fortement chargé présente une déformation beaucoup plus cristallographique et plus homogène.

En conclusion la déformation semble plus difficile, plus cristallographique et plus homogène lorsque la teneur en interstitiels d'azote augmente; la présence d'azote retarde ou inhibe la formation des cellules.

4.2.5. - INFLUENCE D'UN VIEILLISSEMENT

Un vieillissement de 2000 heures à 600°C ne modifie pas les propriétés d'écrouissage cyclique de ces aciers.

Les équations d'écrouissage cyclique (voir tableau III-6) des aciers hypertrempés et vieillis (E et EV, H et HV) sont quasiment identiques et conduisent aux mêmes courbes. L'évolution et le niveau des contraintes au cours du cyclage sont très comparables entre les aciers hypertrempés et vieillis (Figure IV-11).

Les équations de résistance à la fatigue oligocyclique ($\Delta\epsilon_p = f(N_R)$) pour chaque acier, bien qu'elles ne comportent pas rigoureusement les mêmes coefficients sont représentées par 2 droites quasiment confondues (figure IV-12).

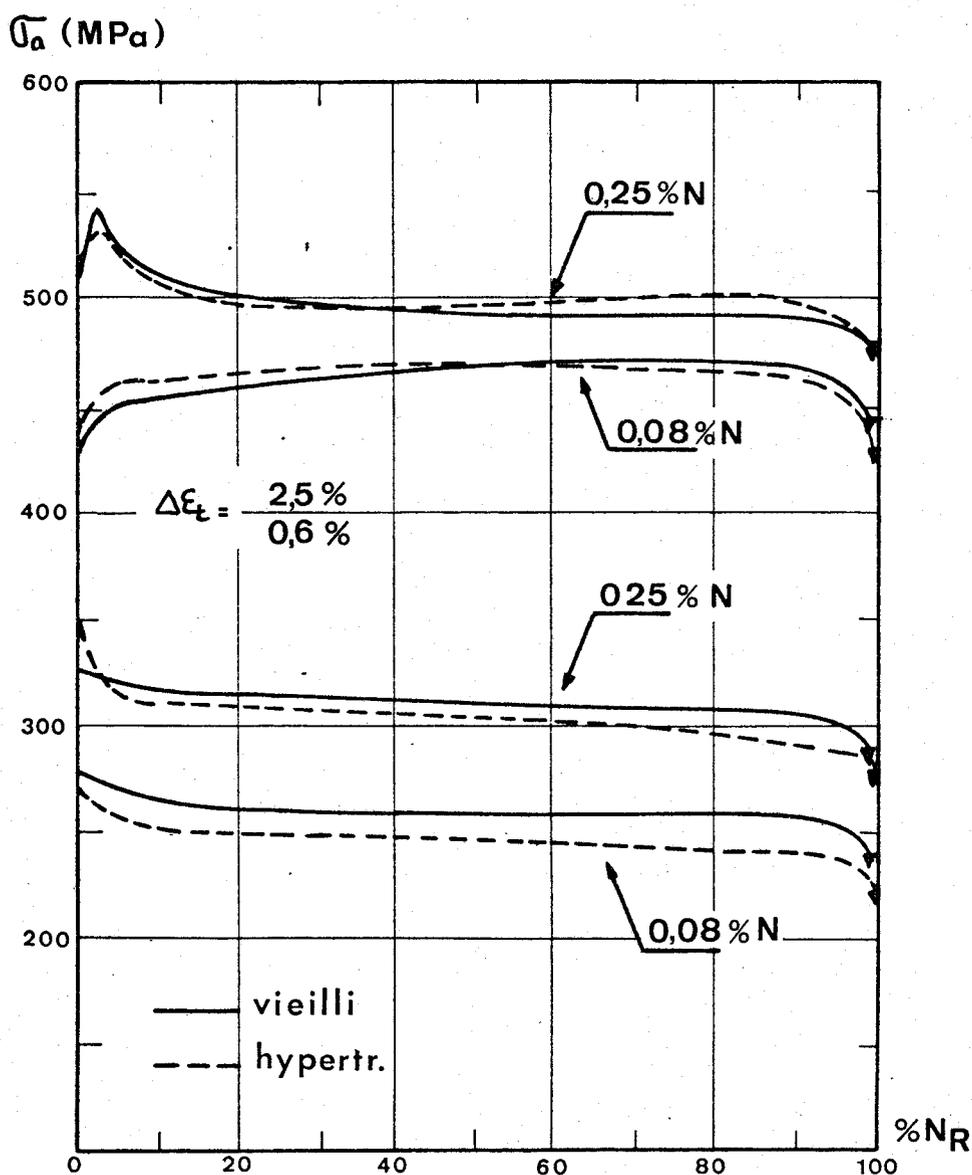


FIGURE IV-11

Comparaison entre l'évolution des contraintes des matériaux vieillis et hypertrémpés

Notons cependant que des essais de résilience sur un acier à 0,02 % C et 0,08 % N à l'état hypertrémpé et à l'état vieilli à 600°C [61] ont permis de situer l'état de précipitation de nos aciers : pour un vieillissement de 2000 heures à 600°C l'énergie de résilience chute légèrement



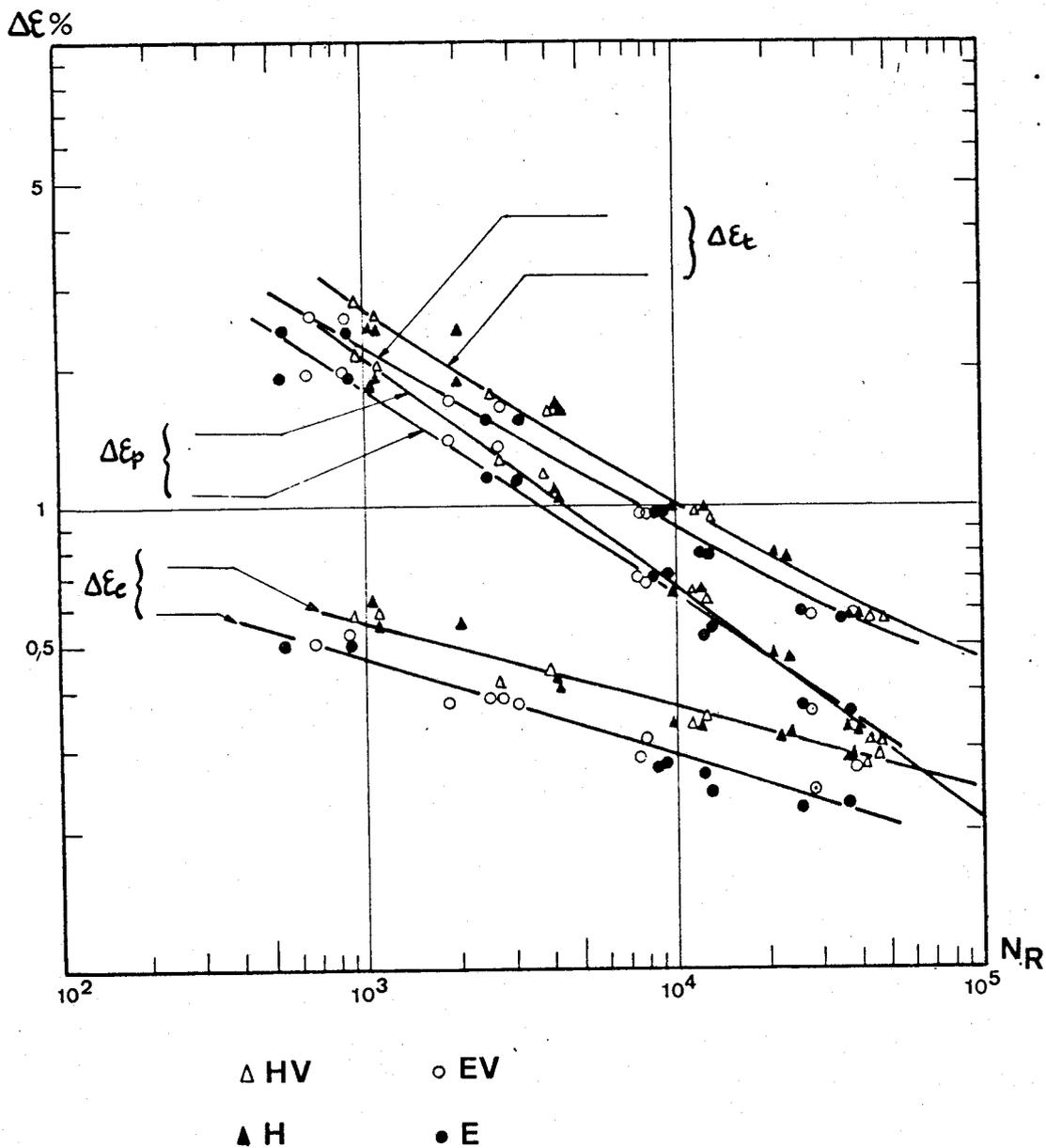


FIGURE IV-12

Comparaison entre les courbes de MANSON-COFFIN des matériaux vieillis et hypertrempés

par rapport à l'état hypertrempé mais il faut attendre 30000 de vieillissement pour avoir une forte chute de la résilience (Figure IV-13) ce qui traduirait qu'après 2000 heures à 600°C un début de précipitation a pris place mais que l'état stable est loin d'être atteint.

D'après la figure IV-13, les variations observées entre l'état hypere trempé et l'état vieilli 2000 heures à 600°C sont relativement cohérentes avec l'absence de modifications que nous avons constatée lors des essais de traction et de fatigue. Il faut cependant signaler que les états hypere trempés ne garantissent pas une mise en solution totale des interstitiels [62].

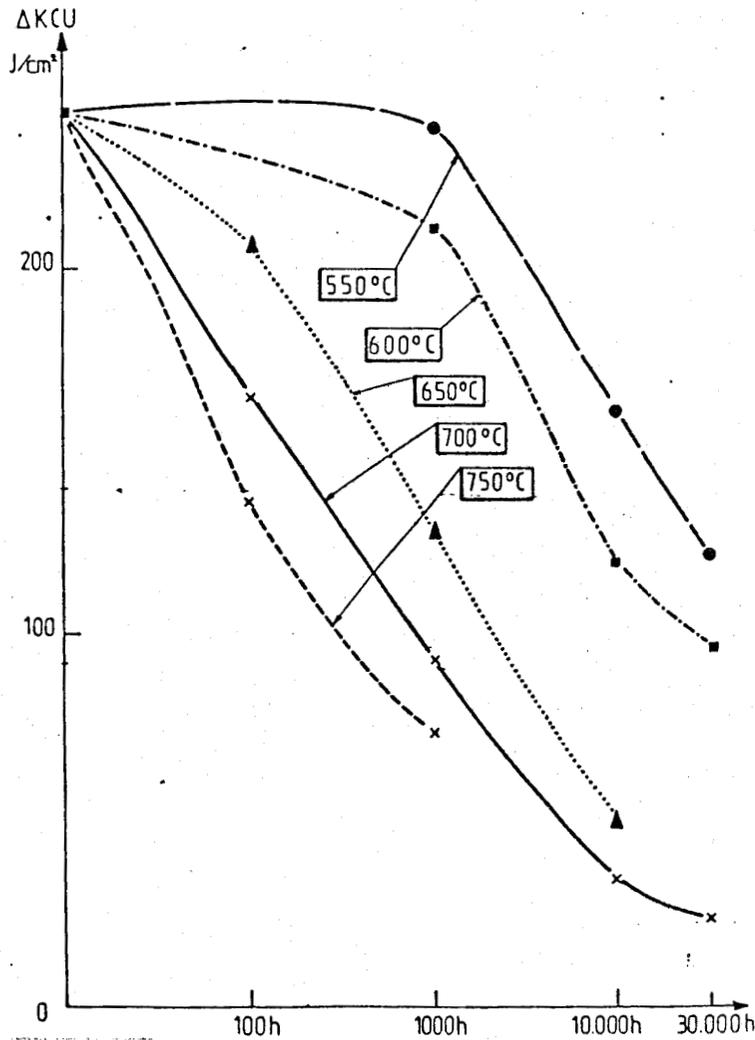


FIGURE IV-13

Evolution de la résilience en fonction de la durée et de la température de vieillissement



4.3. LOI D'ENDOMMAGEMENT TENANT COMPTE DE LA VARIATION DE DEFORMATION PLASTIQUE ET DE LA TENEUR EN AZOTE

4.3.1. POSITION DU PROBLEME

Partant d'aciers appartenant à la même classe (type 18-12), le modèle de prédiction de durée de vie de MANSOON-COFFIN :

$$\Delta \epsilon_p = C_p \cdot N_R^{-c} \quad (1)$$

ne prend pas en compte l'influence de l'azote sur les caractéristiques de durée de vie.

Les coefficients C_p et C varient avec la teneur en azote "X" (figure IV-14).

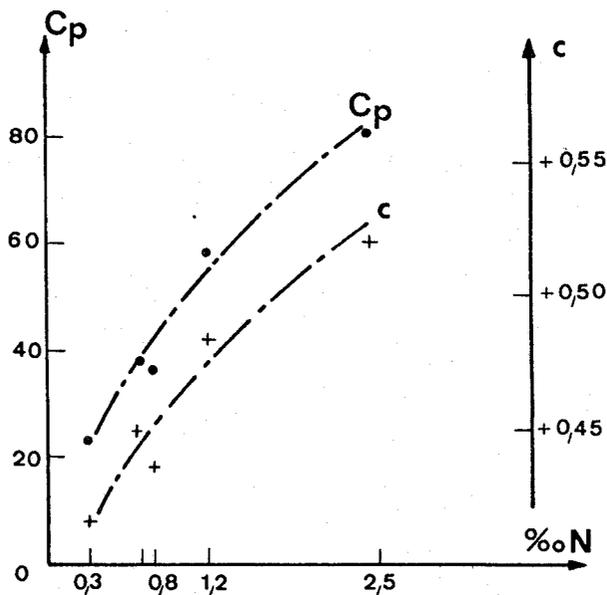


FIGURE IV-14

Evolution des coefficients de la loi de MANSOON-COFFIN avec la teneur en azote

La relation de MANSOON-COFFIN ne fait pas intervenir de manière explicite X.

Nous avons essayé de modéliser ce comportement en fatigue à l'aide du paramètre mécanique $\Delta\epsilon_p$ "déformation plastique" et du paramètre métallurgique X "teneur en azote".

4.3.2. LOI DE RESISTANCE A LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE EN FONCTION DE X

L'équation (1) peut se mettre sous la forme :

$$N_R = \alpha \cdot \Delta\epsilon_p^\beta \quad (2)$$

Au vu de la figure IV-9, il est clair que l'addition d'azote augmente la durée de vie pour une teneur en azote comprise entre 0,03 % et 0,12 %, et ce d'autant plus intensément que le niveau de déformation est élevé. Nous avons montré que la durée n'augmente plus quand on dépasse cette teneur.

Nous nous proposons de représenter ce gain en durée de vie en fonction de la teneur en azote, c'est-à-dire de représenter l'écart entre la durée de vie d'un acier à teneur en azote donnée et celle d'un acier pauvre en azote.

Ne disposant pas au départ de nuances d'acier à teneur en azote strictement nulle, nous pouvons considérer la nuance à 0,03 % d'azote comme la nuance de référence.

De plus, la comparaison entre les durées de vie obtenues pour les matériaux A, B et C a montré que des teneurs en interstitiels (carbone + azote) inférieures à 0,85 % n'avaient pas d'influence sur les lois de MANSO-COFFIN.

Nous obtenons alors une relation du type :

$$\Delta N_R = N_R - N_{R\ 0,03} = a \cdot \Delta\epsilon_p^b (X-0,03) \quad (3)$$

où :

N_R est la durée de vie de l'acier à X % d'azote

$N_{R\ 0,03}$ la durée de vie de l'acier à 0,03 % d'azote

$\Delta\epsilon_p$ l'amplitude de déformation plastique

X la teneur en azote considérée en % massique

a et b sont des constantes à déterminer indépendantes du matériau.

Cette relation est valable pour des teneurs en azote comprises entre 0,03 % et 0,12 %.

Compte tenu du fait que les points expérimentaux relatifs à un acier sont généralement bien corrélés par des lois puissances (types lois de MANSO-COFFIN), nous choisissons pour équation de base la loi de MANSO-COFFIN de l'acier à 0,03 % N :

$$N_{R\ 0,03} = 1835 \cdot \Delta \epsilon_p^{-2,39} \quad (4)$$

4.3.2.1. Recherche des constantes

4.3.2.1.1. Méthode de calcul utilisée

Nous utilisons une méthode de calcul par itérations successives.

Tous les calculs sont exécutés sur le mini-calculateur APPLE II du laboratoire.

Nous pouvons avoir une idée des valeurs de a et b à injecter comme valeurs de départ en imposant à $\Delta \epsilon_p$ et N des grandeurs particulières extrêmes :

$$(\Delta \epsilon_p = 0,6 \% \text{ et } 2 \% ; N = 0,07 \% \text{ et } 0,12 \%)$$

- . a est de l'ordre de - 1,8
- . b est de l'ordre de 10^5

L'ajustement est réalisé sur toutes les valeurs expérimentales obtenues sur les aciers D, E et F, à savoir :

- 14 valeurs pour la nuance D
- 10 valeurs pour la nuance E
- 12 valeurs pour la nuance F

4.3.2.1.2. Résultats obtenus

Nous obtenons la loi expérimentale suivante définissant le gain de durée de vie dû à l'addition d'azote :

$$\Delta N_R = N_R - N_{R\ 0,03} = 3 \cdot 10^4 \Delta \epsilon_p^{-1,9} (X-0,03) \quad (5)$$

pour $0,03 < X < 0,12$

avec :

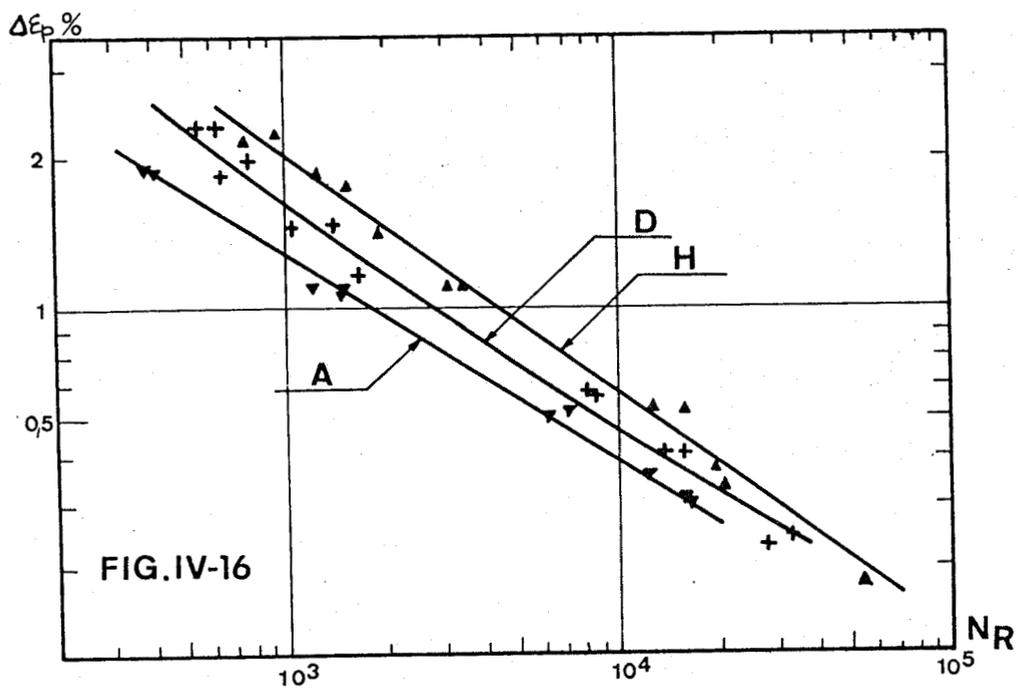
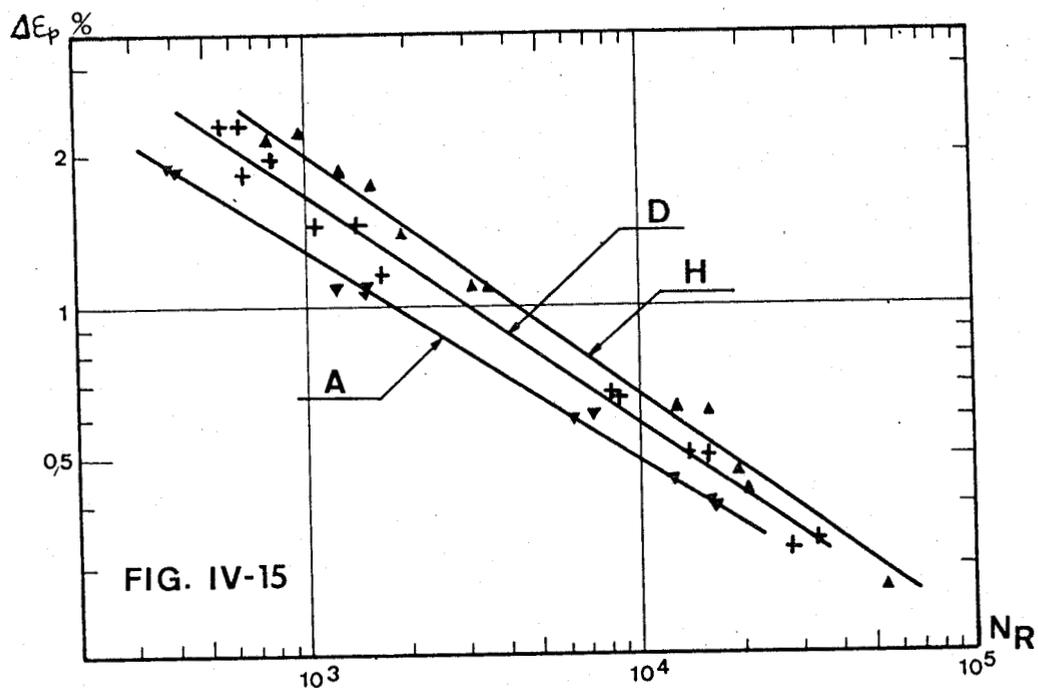
- X teneur en azote exprimée en % massique
- $\Delta \epsilon_p$ amplitude de déformation plastique exprimée en %
- $N_{R\ 0,03}$ durée de vie de la nuance à 0,03 % d'azote
- N_R durée de vie de la nuance à X % d'azote

4.3.3. COMPARAISONS ENTRE LES VALEURS N_R CALCULEES PAR LA RELATION PROPOSEE AVEC CELLES CALCULEES PAR LA LOI DE MANSON-COFFIN ET LES VALEURS EXPERIMENTALES

Les courbes de résistance à la fatigue oligocyclique ($\Delta \epsilon_p - N_R$) tracées figure IV-15 à l'aide de la relation de MANSON-COFFIN et figure IV-16 à l'aide de notre ajustement montrent que ce dernier corrèle les valeurs expérimentales aussi bien que la relation de MANSON-COFFIN.

Le tableau IV-1 donne les durées de vie et les coefficients de dispersion relatifs à chacune des relations.

Nous avons alors représenté en diagramme bilogarithmique les valeurs des durées de vie calculées par chacune des relations en fonctions des durées de vie expérimentales (figures IV-17 et IV-18).



Courbes de résistance à la fatigue prédites par :

- la relation de MANSOON-COFFIN (Figure IV-15)

- la relation proposée (Figure IV-16)

+ , ▼ , ▲ points expérimentaux



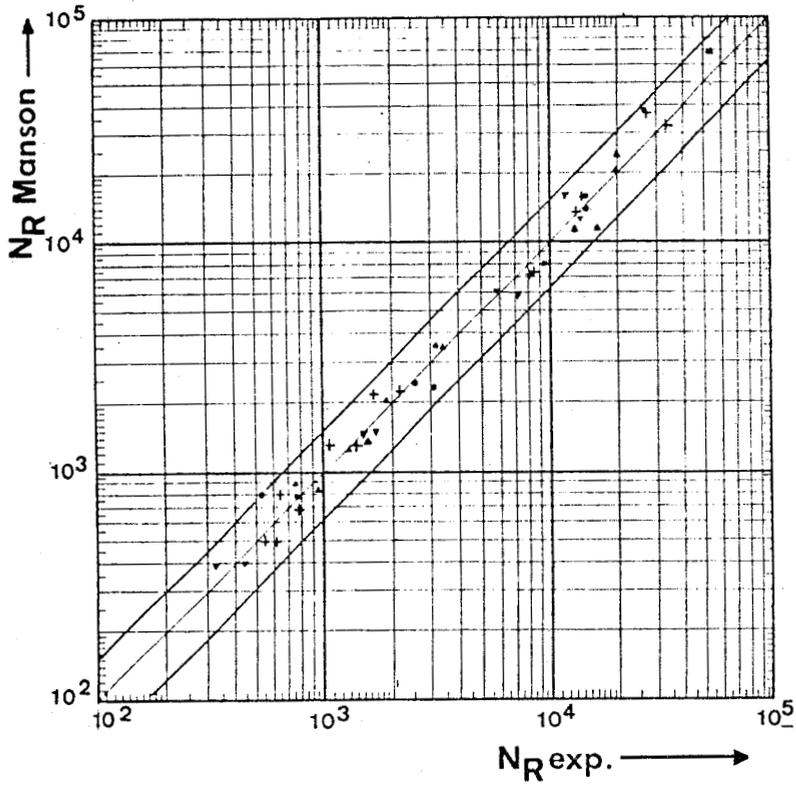


FIGURE IV-17

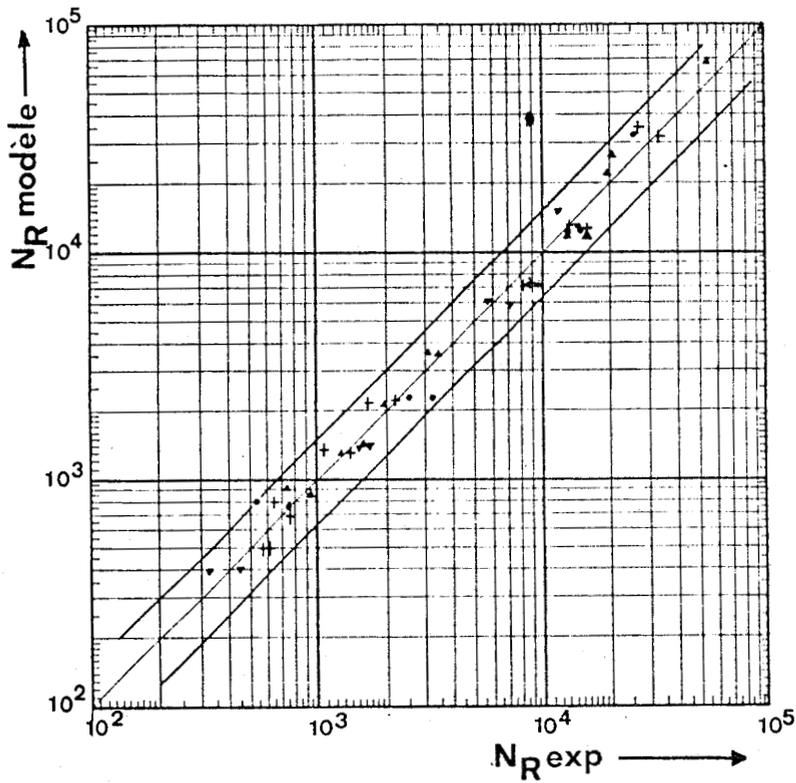


FIGURE IV-18



Comparaison entre les durées de vie expérimentales et les durées de vie calculées par la relation de MANSON-COFFIN (Figure IV-17) et la relation proposée (Figure IV-18)

F_p (%)	N_R exp	N_R (Modèle)	N_R (Manson)	K (Modèle)	K (Manson)	$\Delta \epsilon_p$ (%)	N_R exp	N_R (Modèle)	N_R (Manson)	K (Modèle)	K (Manson)
X = 0,03 %						X = 0,07 %					
0,612	7135	5932	5932	0,86	0,86	0,505	13369	13786	14713	1,03	1,1
1,096	1501	1472	1472	0,91	0,91	0,504	15761	13846	14775	0,88	0,94
0,448	13627	12510	12510	0,01	0,91	1,460	1052	1327	1390	1,26	1,32
0,602	5833	6174	6174	1,09	1,09	1,144	2217	2259	2391	1,02	1,08
0,088	1655	1498	1498	0,98	0,98	0,672	8639	7298	7797	0,84	0,9
0,91	322	390	390	1,47	1,47	0,676	8156	7202	7695	0,88	0,94
0,88	448	405	405	0,91	0,91	1,160	1644	2191	2318	1,33	1,41
0,404	11780	16020	16020	1,32	1,32	1,469	1406	1309	1372	0,93	0,98
X = 0,12 %						0,332	27657	35339	37357	1,28	1,35
X = 0,08 %						0,344	33506	32621	34523	0,97	1,03
0,28	54468	68770	60801	1,26	1,12	2,301	554	496	506	0,9	0,91
0,63	12893	12031	11384	0,93	0,88	1,980	788	686	707	0,87	0,9
0,628	15990	12112	11459	0,76	0,72	1,840	649	804	832	1,24	1,28
0,47	19400	22483	20854	1,16	1,07	2,29	623	502	511	0,81	0,82
0,432	20300	26942	24822	1,33	1,22	1,94	538	802	802	1,49	1,49
0,112	3158	3630	3520	1,15	1,11	0,521	14327	13893	16140	0,97	1,13
0,12	3417	3576	3468	1,05	1,01	0,552	15098	12230	14144	0,81	0,94
0,429	1919	2151	2096	1,12	1,09	1,96	770	785	784	1,02	1,02
0,84	1243	1275	1243	1,03	1	1,204	3316	2231	2384	0,67	0,72
0,75	1550	1413	1379	0,91	0,89	1,196	2543	2264	2421	0,89	0,95
0,22	950	865	844	0,91	0,89	0,36	26627	31537	37532	1,18	1,41
0,16	754	916	892	1,21	1,18	0,708	9501	7079	8013	0,75	0,84

TABLEAU IV-1

Valeurs de durées de vie calculées
et coefficients de dispersion

Il apparaît donc que la corrélation avec les essais est très bonne puisque les valeurs expérimentales se placent dans une bande de dispersion de coefficient maximum inférieur à 1,5.

On appelle coefficient de dispersion le rapport entre les durées de vie prédites et expérimentales.



4.4. COMPARAISON DES RESULTATS EXPERIMENTAUX
OBTENUS AVEC CEUX D'UN ACIER A 0,38 % N

Un acier très chargé en azote (0,38 % N) nous a été procuré par une Société anglaise. Nous avons pu ainsi confirmer à nouveau la présence d'un optimum en durée de vie en fatigue plastique oligocyclique.

4.4.1. MATERIAU ETUDIE ET ESSAIS REALISES

Le matériau étudié est un acier inoxydable austénitique à forte teneur en azote dont l'appellation est REX 734. Ce matériau est porté 2 heures à 1200°C puis refroidi à l'eau pour obtenir une mise en solution de l'azote (hypertrempe). Sa composition chimique en % massique est donnée dans le tableau IV-2.

C	Si	Mn	S	P	Cr	Mo	N	Ni	V	Al
0,055	0,32	3,57	0,004	0,011	20,6	2,78	0,38	9,53	0,021	0,37

TABLEAU IV-2

Composition chimique de l'acier REX 734

Remarque : Cet acier a une teneur en chrome et nickel supérieure à celle des aciers ci-étudiés.

Il faut également noter la présence d'éléments d'addition comme le vanadium et l'aluminium

Nous avons réalisé à température ambiante :

- 1 essai de traction monotone, à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$ jusqu'à rupture de l'éprouvette sur une éprouvette de type cylindrique de diamètre 8 mm

- 2 essais de fatigue plastique oligocyclique pilotés en déformation longitudinale totale imposée en signal triangulaire ($R = - 1$) et à la vitesse $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$

- . l'un à $\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$

- . l'autre à $\Delta\epsilon_t = 2 \%$

sur éprouvettes conformes à la figure III-3.

4.4.2. RESULTATS D'ESSAIS ET DISCUSSION

4.4.2.1. Comportement en traction monotone

Nous constatons que la courbe σ - ϵ (pour $\epsilon < 2 \%$) se situe au-dessus de celles relatives aux aciers précédemment étudiés dont la teneur en azote est comprise entre 0,03 % et 0,25 % (Figure IV-19).

Ceci est prévisible compte tenu des effets de durcissement par solution solide d'azote.

Néanmoins, nous n'avons pas analysé quantitativement l'effet de l'azote sur les caractéristiques mécaniques (R_e , R_m , E , n) puisqu'il y a un effet de taille de grain.

4.2.2.2. Comportement en fatigue oligocyclique

- . Evolution des contraintes au cours du cyclage

(Figures IV-20 et IV-21)

L'évolution des contraintes obtenue aux 2 niveaux de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$ et 2%) est comparable à celle obtenue sur des aciers type 316 L fortement chargés en azote (teneur $> 0,1 \%$ N).

A $\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$, le comportement du matériau est caractérisé par un adoucissement caractéristique de la période d'accommodation suivi d'une période de quasi stabilisation couvrant environ 80 % de la durée de vie.

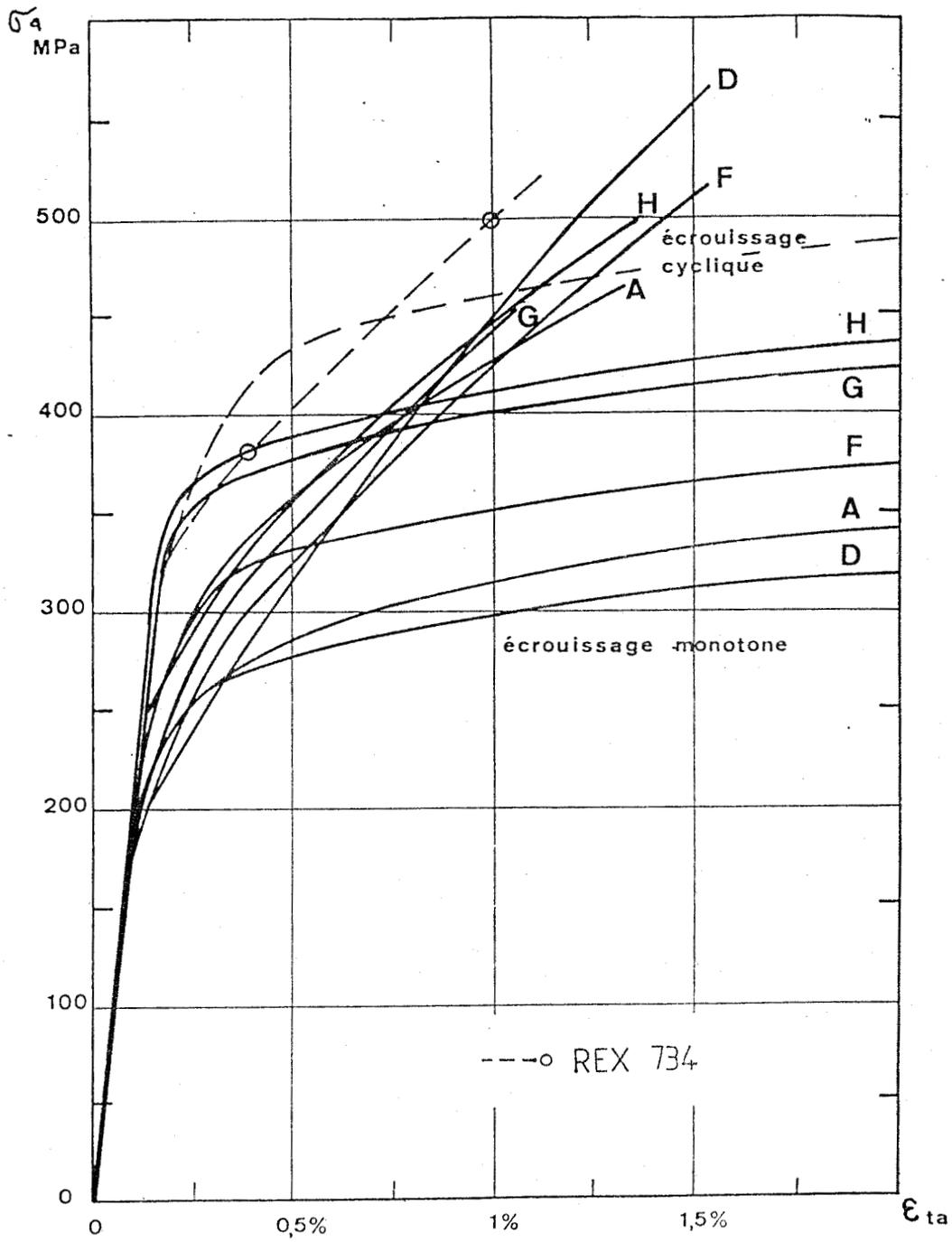


FIGURE IV-19

Courbes d'écrouissage cyclique et monotone de l'acier REX 734



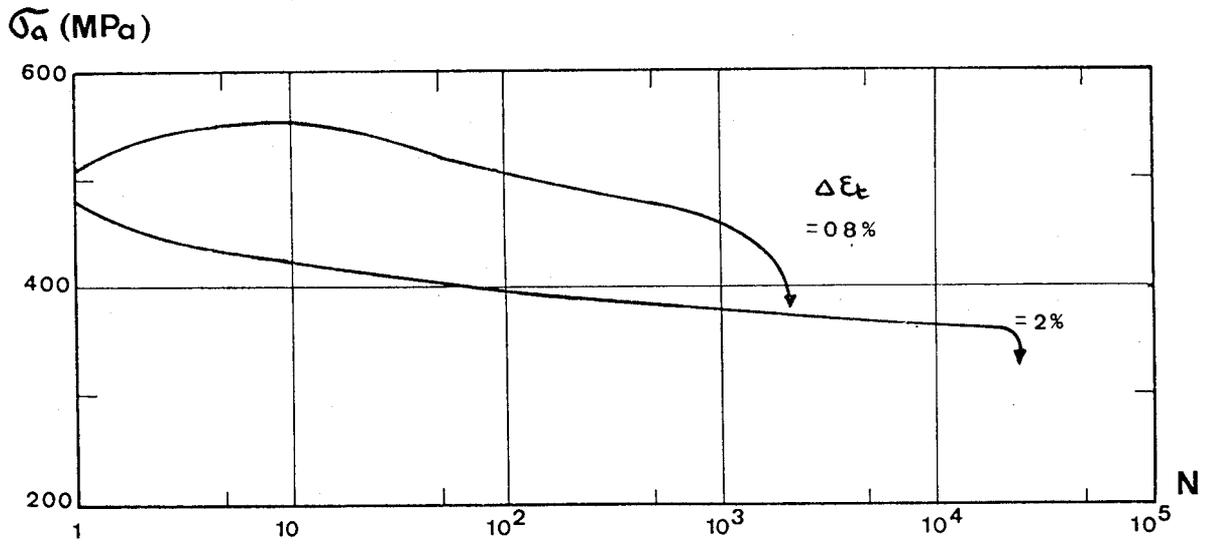


FIGURE IV-20

Evolution des contraintes en fonction de N de l'acier REX 734

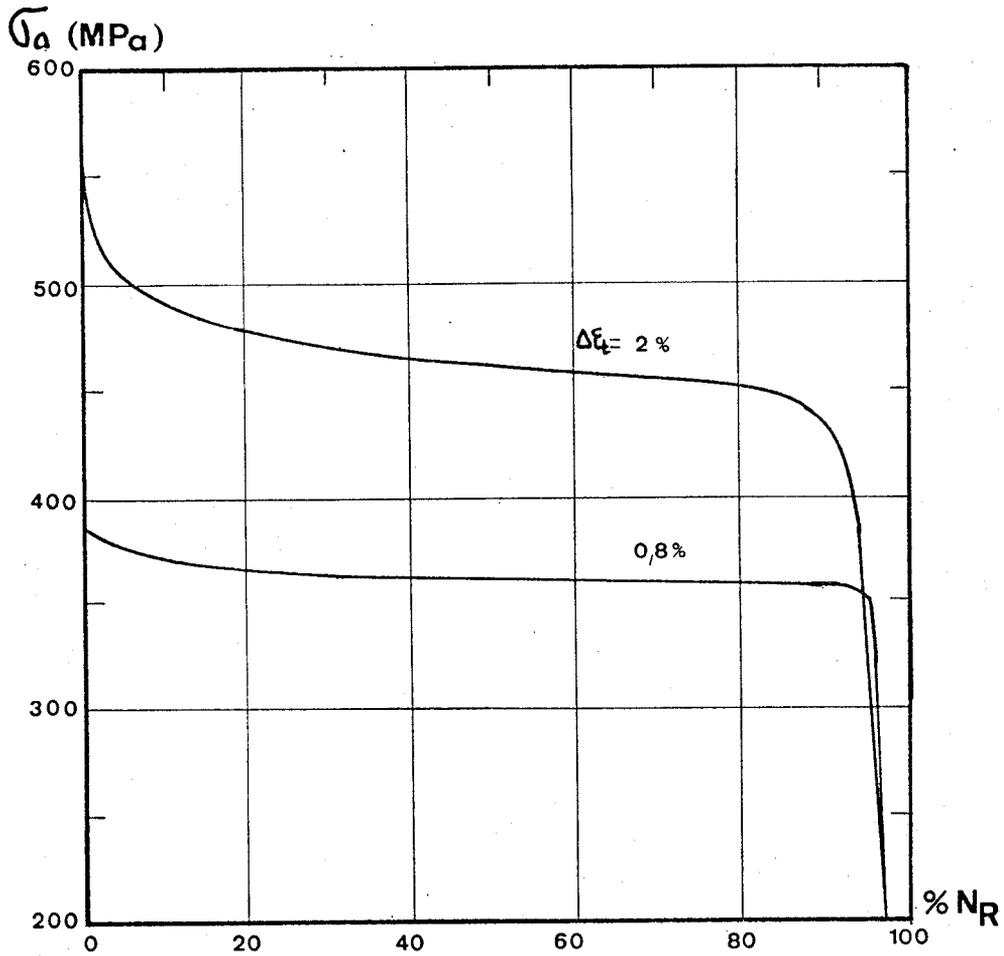


FIGURE IV-21

Evolution de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie de l'acier REX 734



A $\Delta\epsilon_t = 2 \%$, la période d'accommodation se caractérise par un durcissement transitoire rapide suivi d'un fort adoucissement. Cet adoucissement se poursuit à très faible taux durant la période de quasi-stabilisation

. Consolidation cyclique

On constate, comme pour l'érouissage monotone, que la courbe d'érouissage cyclique se situe nettement au-dessus de celles relatives aux aciers 316 LN étudiés précédemment moins riches en azote (Fig. IV-19). Il y a donc là aussi un effet durcissant de l'azote.

. Durée de vie

Les résultats obtenus $\Delta\epsilon_t - N_R$ reportés dans un diagramme bilogarithmique (Figure IV-22) confirment que la présence d'azote augmente la durée de vie. Mais les deux résultats du REX 734 se situent au voisinage immédiat des courbes relatives aux aciers à 0,12 % et 0,25 % d'azote.

Ceci confirme la présence de l'optimum montré dans notre étude.

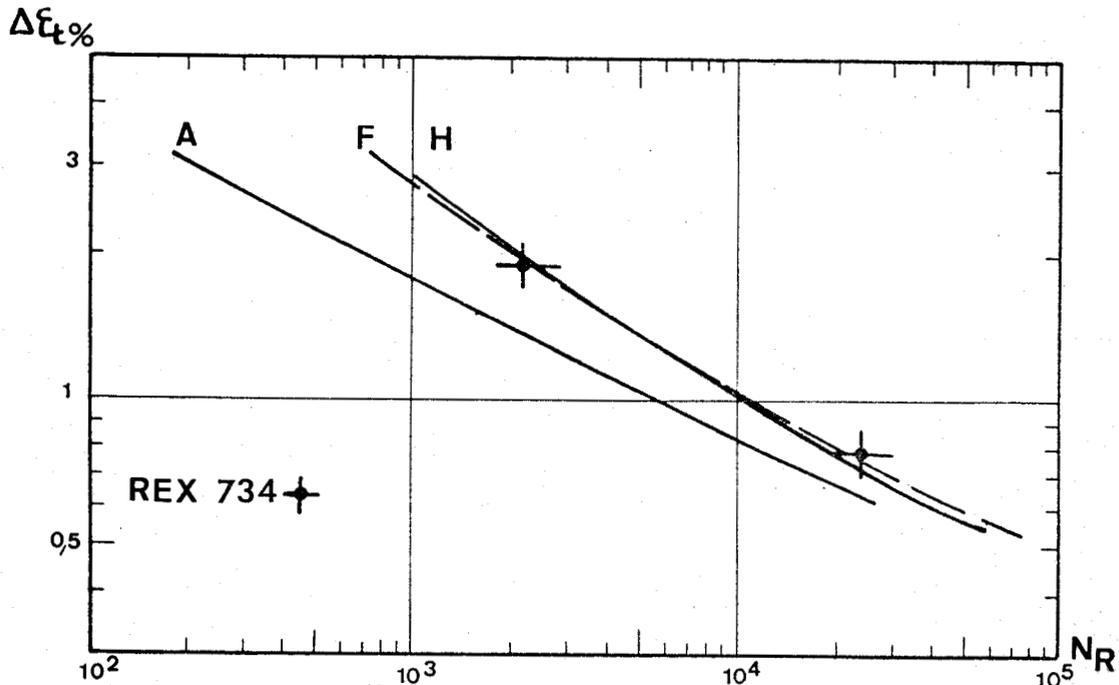


FIGURE IV-22

Durées de vie de l'acier REX 734 par rapport aux aciers à 0,03 %, 0,12 % et 0,25 % N

4.5. CONCLUSION

Les caractéristiques mécaniques de traction des aciers inoxydables austénitiques type 18-12 sont améliorés par l'addition d'interstitiels (azote ou carbone).

Du point de vue des caractéristiques dynamiques (fatigue oligocyclique), ces aciers présentent un durcissement cyclique par rapport à l'écrouissage monotone dès que la variation de déformation imposée est supérieure à 1 %.

L'évolution des contraintes est fonction de la teneur en azote et du niveau de déformation.

La période d'accommodation croît avec la teneur en azote jusqu'à 15 % N_R pour les aciers à forte teneur en azote.

La période de quasi-stabilisation dure environ 80 à 90 % N_R quelle que soit la teneur en azote.

La période de propagation d'une (ou de plusieurs) fissure macroscopique couvre environ 5 % N_R .

Deux points essentiels se dégagent de cette étude dynamique :

- . La résistance à la fatigue oligocyclique est améliorée par la présence d'azote et ce d'autant plus intensément que le niveau de déformation est élevé
- . il existe une valeur optimale en azote (0,12 %) au-dessus de laquelle il y a saturation du gain en durée de vie.

Nous proposons une loi de résistance à la fatigue oligocyclique fonction de la déformation plastique et de la teneur en azote :

$$\Delta N_R = N_R - N_{R\ 0,03} = 3 \cdot 10^4 \cdot \Delta \epsilon_p^{-1,9} \quad (X-0,03)$$

où :

- $N_{R\ 0,03}$ est la loi de MANSON-COFFIN pour l'acier à 0,03 % d'azote
- $\Delta\epsilon_p$ est la variation de déformation plastique expression en M
- X est la teneur en azote exprimée en % massique pour $0,03 < X < 0,12$; $X = 0,12$ si l'on dépasse cette teneur.

Cette modélisation présente l'avantage de prédire la durée de vie d'un acier Z2 CND 17-12 à l'azote à l'aide d'une seule équation au lieu d'une série d'équations (loi de MANSON-COFFIN relative à chaque nuance).

Cependant, une telle représentation (fonction linéaire en azote) ne permet pas de prendre explicitement en compte la saturation au-delà de 0,12 % d'azote.

Cette modélisation corrèle les valeurs expérimentales avec un facteur de dispersion égal à celui du modèle de MANSON-COFFIN. Elle conduit à des représentations graphiques quasi identiques à celle de MANSON-COFFIN pour les nuances à 0,03 % et 0,12 % d'azote et à une représentation à peine différente pour la nuance à 0,07 % d'azote (Figure IV-23).

Avec un acier à 0,38 % d'azote, nous confirmons la présence d'une teneur optimale en azote au-dessus de laquelle il y a saturation du gain en durée de vie.

Il est tentant d'associer la teneur 0,12 % N à une saturation de la concentration en interstitiel dans l'austénite, l'excès d'azote étant combiné sous forme de nitrures ou dans les joints de grains.

Pour l'instant, nous ne pouvons pas confirmer cette hypothèse. Cependant, nous étudions la variation du paramètre cristallin en fonction de X.

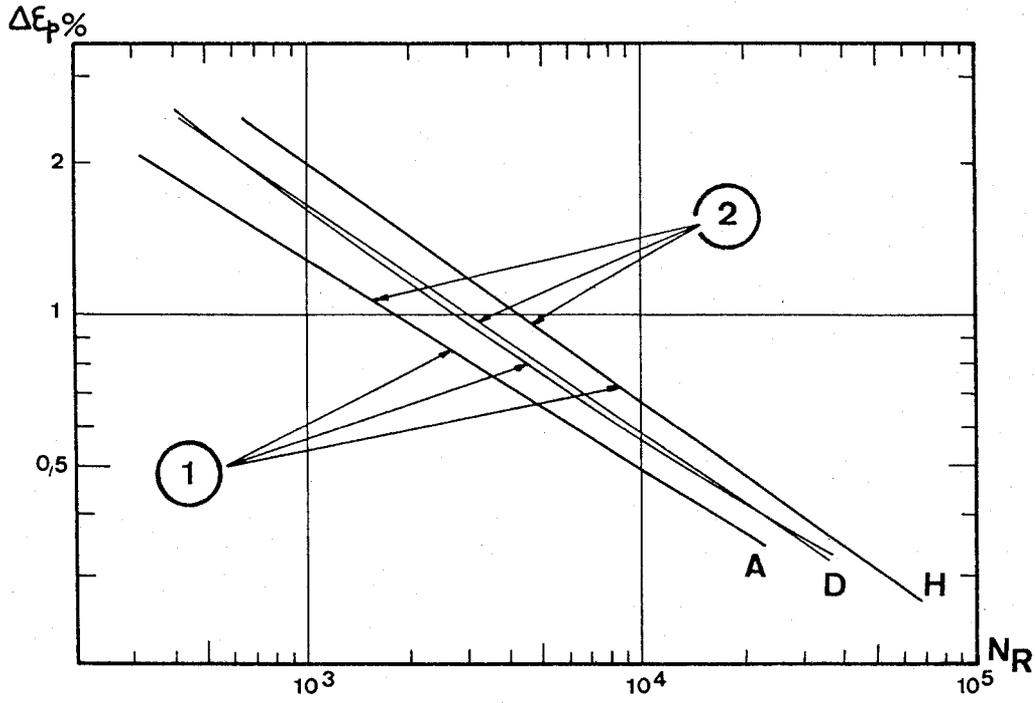


FIGURE IV-23

Comparaison entre la relation proposée (1)
et la relation de MANSON-COFFIN (2)



C O N C L U S I O N G E N E R A L E

Notre but principal était de mettre en évidence le rôle de l'azote sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique, des aciers inoxydables austénitiques type 18-12 hypere trempés.

L'influence de l'azote interstitiel sur les propriétés physiques et mécaniques statiques (traction, fluage et résilience) des aciers inoxydables austénitiques a été largement étudiée. Nous avons donc consacré le chapitre I à une bibliographie sur ce sujet :

. Bien que voisin, le rôle de l'azote ne se confond pas avec celui du carbone.

. Élément gammagène, il favorise la stabilité de la structure austénitique. Il inhibe la formation de phase fragilisante σ . L'azote semble diminuer l'énergie de défaut d'empilement dans l'austénite.

. L'azote améliore les propriétés mécaniques de traction et la résistance au fluage. On note cependant une teneur optimale au-delà de laquelle apparaît une saturation de la valeur de la contrainte à rupture. La résistance au fluage diminue quand il y a apparition de nitrures. De même, la résistance au choc de ces aciers inoxydables vieillis chute par rapport à celle des aciers hypere trempés.

Après des rappels bibliographiques sur le comportement en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques type 18-12 (chapitre II), nous avons présenté (chapitre III) les résultats obtenus en présence d'azote (de 0,03 % à 0,25 %).

A température ambiante, la limite élastique et la charge à rupture sont accrues par addition d'azote, aux dépens de la ductilité.

Ces aciers présentent un durcissement lors des premiers cycles de fatigue à déformation imposée supérieure à 1 %. On note donc un écrouissage cyclique plus important que l'écrouissage monotone au-delà de 1 % de déformation totale.

. L'acier à 0,07 % N est celui dont le durcissement est le plus intense.

. La période d'accommodation représente au maximum 10 % de la durée de vie.

. La période de quasi-stabilisation couvre 80 à 90 % N_R

. Une ou deux fissures macroscopiques se propagent durant les derniers 5 à 10 % de la durée de vie.

La zone de fissuration, observée en microscopie à balayage, comporte une ou plusieurs zones d'amorçage en surface et la propagation d'une ou deux fissures principales par stries fragiles transgranulaires.

De ces essais, deux points essentiels se dégagent :

. l'azote augmente la durée de vie des aciers inoxydables 18-12 hypereutectiques pour une teneur comprise entre 0,03 % et 0,12 %.

. il existe une teneur optimale (0,12 %) au-delà de laquelle la durée de vie est stationnaire

Ces tendances sont confirmées par des mesures sur une nuance différente à 0,38 % d'azote.

Une relation est établie liant la durée de vie N_R à la déformation plastique $\Delta \epsilon_p$ et à la teneur en azote X :

$$N_R - N_{R, 0,03} = 3 \cdot 10^4 \cdot \Delta \epsilon_p^{-1,9} (X - 0,03) \quad \text{pour } X < 0,12 \%$$

Au-delà de 0,12 % d'azote, la durée de vie n'augmente plus.

Cette relation présente l'avantage de prédire la durée de vie de toute une gamme d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 à l'azote à l'aide d'une seule équation fonction de la teneur en azote et de la déformation plastique.

Un vieillissement de 2000 heures à 600°C a été effectué sur les nuances à 0,08 % et 0,25 % d'azote. Les essais ont montré que ce vieillissement n'avait aucune conséquence sur les caractéristiques de fatigue oligocyclique (écrouissage cyclique, évolution des contraintes, durée de vie).

Etant donné que la température affecte les caractéristiques mécaniques statiques, il est intéressant de prolonger cette étude par des essais à haute température afin de savoir si le gain en durée de vie et l'optimum en azote constatés existent encore.

Nous avons donc conçu un montage expérimental permettant de réaliser des essais à haute température. Ce montage est décrit en annexe et une série d'essais a été effectuée.

Cette étude se prolonge naturellement suivant deux directions :

- influence de la température d'essais

- étude des microstructures et des configurations de dislocation en relation avec les paramètres des essais de fatigue oligocyclique.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- |1| COLOMBIER-HOCHMANN : *stainless and heat resisting steels*, Ed. ARNOLD Ltd.
- |2| *Techniques de l'Ingénieur, Etude des alliages M1-I*, page 59.
- |3| T. MASUMOTO, Y. IMAI : *structural diagrams and tensile properties of the 18 % Cr-Fe-Ni-N quaternary system alloys*. (July 1969), pp. 1364-1371.
- |4| Référence 23 de l'article 30
- |5| H.J. GOLDSCHMIDT : *interstitial alloys*, Ed. BUTTERWORTH and Co Ltd (1967).
- |6| F.B. PICKERING : *Physical metallurgy and the design of steels*, p. 229, Applied Science Publishers Ltd, London (1978).
- |7| B. WEISS and R. STICKLER : *phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel*. *Metallurgical transactions*, vol. 3A (1972), pp.851.
- |8| N. TERA0 and B. SASMAL : *précipitation of $M_{23}C_6$ type carbide on turn boundaries in austenitic stainless*, *Metallography* (1980), pp. 177-133.
- |9| H. TUMA, V. LANDA, K. LÖBL : *changements de phases par maintien isotherme de longue durée dans les aciers austénitiques du type 16 Cr - 14 Ni - 2,5 Mo en fonction de la teneur en azote jusqu'à 0,2 %*. *Mémoires et études scientifiques. Revue de Métallurgie* (mai 1981), pp.255-259.
- |10| K. PROTIVA, A. KARAS : *étude de la résistance au fluage du type 08.Cr 17 Ni 12 Mo 2*. *Matériaux et techniques* (Juin-juillet 1981), pp. 167-173.
- |11| R. TANAKA, M. KIKUCHI and S. NAKITA : *the microstructure of austenitic heat resisting steels*. *The physical metallurgy of heat resisting alloys*, (13-15 sept. 1972) pp. 34-36.
- |12| L.ANORSTOM : *intermetallic phase embrittlement in an austenitic stainless steel of type AISI 316 L* *Scandinavian Journal of Metallurgy* 8 (1979), pp. 76-80.

- |13| M. KIKUCHI, T. TANAKA, K. HAMAGAMI, Y. OGURA and R. TANAKA : lattice dilation of 25 Cr - 28 Ni and 25 Cr - 28 Ni - 2 Mo austenitic steels by dissolval nitrogen Metallurgical Transactions Vol. 7A (1976), pp. 906-908.
- |14| K.H. JACK : the iron nitrogen system: the preparation and the crystal structures of nitrogen (γ) and nitrogen-martensite (α'). Proceedings of the royal society, A, vol. 208 (1951).
- |15| H.M. LEDBETTER : Room temperature elastic constants and low temperature sound velocities for 6 nitrogen alloyed austenitic stainless steel. Metallurgical Transactions Vol. 11 A (1982), pp. 1067-1069.
- ✓ |16| R.E. STOLTZ and J.B. VANDERSANDE : the effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mo steels. Metallurgical Transactions vol. 11 A (1980), pp. 1033-1037.
- |17| P.J. BROFMAN and G.S. ANSELL : on the effect of carbone on the stacking fault energy of austenitic stainless steels. Metallurgical Transactions Vol. 9A (1978), pp. 879-880.
- |18| R.E. SCHRAMM and R.P. REED : stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. Metallurgical Transactions A, Vol. 6 A (1975), pp. 1345-1351.
- |19| J.L. STRUDEL : influence de l'énergie de défaut d'empilement sur les propriétés mécaniques d'alliages industriels. J. Micros. Spectrosc. Electron. Vol. 3 (1978) pp. 337-356.
- |20| R.B. GUNIA and G.R. WOODROW : nitrogen improves engineering properties of chromium nickel stainless steels. Journal of Materials, JMLSA, Vol. 5 (1970), pp. 413-430.
- |21| K.J. IRVINE, T. GLADMAN and F.B. PICKERING : the strength of austenitic stainless steels. Journal of the Iron and Steel Institute (1969), pp. 1017-1028.
- |22| F.B. PICKERING : physical metallurgy of stainless steel developments. International Metals Reviews (Dec. 1976), pp. 227-268.

- | 23 | C.E. SPAEDER, W.F. DOMIS, K.G. BRICKNER : High nitrogen austenitic stainless steels, STP 522 (1973), pp. 35-45.
- | 24 | M.A. MERCIER : aciers inoxydables austénitiques à caractéristiques mécaniques améliorées. Aciers spéciaux, vol. 10 (1969), pp. 13-20.
- | 25 | J. BOURRAT, J. DEMESTRE, A. MERCIER, G. REMY : aciers inoxydables austenitiques à limite élastique améliorée.: Revue de métallurgie (1967), pp 1096-1114.
- | 26 | P.D. GOODELL and J.W. FREEMAN : elevated temperature properties of nitrogen containing type 304 L austenitic stainless steels. STP 522 (1973), pp. 46-59.
- | 27 | L.A. NORSTROM : the influence of nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316 L austenitic stainless steels. Metal Science (1977), pp. 208-212.
- | 28 | W.F. DOMIS : Creep and Creep Rupture properties of types 304 N and 310 N stainless steels. STP 522 (1973), pp.86-89.
- | 29 | N.G. NEEDHAM and J. ORR : the effect of residues on the elevated temperature properties of some creep resistant steels. Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 295, pp. 279-283.
- | 30 | A. MERCIER, R. LEVEQUE, G. REMY : influence de l'azote sur les caractéristiques du fluage des aciers dérivant du type 18-8 au molybdène contenant de faibles quantités de bore. Revue de Métallurgie (1967), pp. 1085-1094.
- | 31 | G. ALDEN and B. ARONSSON : some observations on the influence of carbon and nitrogen on the creep behavior of AISI 316 Type austenitic stainless steels. Swedish Institute for Metal Research (August 1972).
- | 32 | H. GERLACH und H.R. KAUTZ : Einfluss verschiedener Elemente besonders von Kohlenstoff und Stickstoff auf das Zeitstandverhalten eines vollaustenitischen Stahles mit rd 18,5 % Cr und 10,5 % Ni. Stahl und Eisen 88 nr 25 (1968), pp. 1422-1425.
- | 33 | Référence de l'article | 29 |.

- | 34| T. KAWABE, R. NAKAGAWA et T. MUKOYAMA : effect of nitrogen and molybdenum on the high temperature strength of 18 Cr - 12 Ni - 0,2 C Austenitic steel. Transactions of the ISIJ, vol. 8 (1968), pp. 353-362.
- | 35| L.G. LILJESTRAND and A. OMSÉN : the mechanisms of improved creep strength in a new austenitic stainless steel. Metallurgical Transactions, vol. 6 A (1975), pp. 279-286.
- | 36| P. WELLNER : acier austénitique, coulée à teneur d'azote. Numéro de Recherches Sulzer (1978).
- | 37| K.H. JACK, A. HENDRY, University of Newcastle Upon Tyne Travaux non publiés.
- | 38| J.K. HIRVONEN, R. A. KAUT, W.W. HU, C.R. CLAYTON and H. HERMAN : fatigue life enhancement of steel by nitrogen implantation. Radiation effects (1980) vol. 49, pp. 71-72.
- | 39| J.B. VOGT, D.E.A. Université de Lille (1981).
- | 40| S. DEGALLAIX, J.B. VOGT, J. FOCT : influence de la teneur en éléments interstitiels sur le comportement en déformation plastique monotone et cyclique d'aciers inoxydables austénitiques. Journées Métallurgiques d'Automne (19-21 oct. 1982).
- | 41| J.L. CHABOCHE, H. KACZMAREK, P. RAINE : Hardening and fatigue damage interaction in 316 L steels. La Recherche Aérospatiale (1980-3), pp. 35-55.
- | 42| W.J. PLUMBRIDGE, M.E. DALSKI, P.J. CASTLE : High strain fatigue of type 316 stainless steels Fatigue of engineering materials and Structures, Vol. 3 (1980), pp. 177-188.
- | 43| A. PINEAU : mécanisme d'accommodation et de fissuration en fatigue oligocyclique. Mécanique Matériau Electricité (Nov-dec. 1976), pp. 6-13.
- | 44| P. RAINE : sur l'endommagement de fatigue et les effets bénéfiques de l'écrouissage dans l'acier 316 à température ambiante. Thèse de 3e cycle ENSET (déc. 1980).

- [45] G. BRUN, J.P. GAUTHIER, P. PETREQUIN : étude de la fatigue oligocyclique d'un acier Z2 CND 17-12 (type AISI 316 L). Mémoires Scientifiques. Revue de métallurgie (1976), pp. 461-483.
- [46] W. BARAKAT : Fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques. Etude de l'influence de la température et du cumul du Dommage. Thèse de Docteur-Ingénieur. ENSM de Saint Etienne (Janvier 1982).
- [47] J.T. BERLING and T. SLOT : effect of temperature and strain rate on low cycle fatigue resistance of AISI 304, 316 and 348 stainless steels. Fatigue at high temperature ASTM-STP 459 (1969), pp. 3-30.
- [48] J. GRATTIER : étude de la fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques du type 18-10 au molybdène utilisés ou envisagés pour la fabrication des cuves de réacteur à neutrons rapides. Rapport EDF (Nov. 1972).
- [49] T.W. THORPE and G.C. SMITH: elevated temperature; low cycle fatigue of AISI 316 stainless steel. ICF 5 : 6 : High temperature fatigue (II) (1981), pp. 2413-2421.
- [50] K. YAMAGUCHI and K. KANAZAWA : effect of strain wave shape on high temperature fatigue life of a type 316 steel and application of the strain range partitioning method. Metallurgical transactions. Vol. 11 A (1980), pp. 2019- 027.
- [51] C.E. JASKE, H. MINDLIN, J.S. PERRIN : Development of elevated temperature fatigue design information for type 316 stainless steel. Instrn. Mech. Engr. Conference publication 13 (1973).
- [52] B. REZGUI : interaction fatigue-fluage-effet d'un temps de maintien sur la résistance à la fatigue d'un acier Z2 CND 17-13 (type 316 L) à 600°C. Rapport CEA R-4982 (1979).
- [53] K. KANAZAWA, K. YAMAGUCHI, H. NAGAI : effect of rising mean strain on elevated temperature low cycle fatigue life of JIS SUS 31 austenitic stainless steel. Transactions of national research institute for metals, vol. 22 n° 2 (1980).

- |54| B. REZGUI, P. PETREQUIN, M. MOTTOT : hold time effects of low cycle fatigue properties of 316 L stainless steel at 600°C and 700°C. ICF 5 (1981), pp. 2393-2402.
- |55| P. PETREQUIN, M. MOTTOT, C. AMZALLAG, P. RABBE, J. GRATTIER, S.H. MANSON, G. ROBERT, A. SILVENT : étude de l'interaction fatigue fluage de deux aciers utilisés entre 500° et 600°C (Aciers 10 CD 9-10 et 23 CND 17-12). Contrat D.G.R.S.T. 76-7-1200.
- |56| Manuel technique des aciers inoxydables. Pyc Edition/Semas, p. 22.
- |57| S. DEGALLAIX, J.B. VOGT, J. FOCT : Rapports Internes.
- |58| C.H. BASQUIN : the exponential law of endurance tests. PV ac, ASTM 1910, 10, pp. 625-690.
- |59| S.S. MANSON : behavior of materials under conditions of thermal stresses. Nat. Ac. Com. Aer., (1954), Tech. Note 2933.
- |60| L.F. COFFIN : the problem of thermal stress fatigue in austenitic steels at elevated temperatures. ASTM, STP 165, (1951), pp. 31-52.
- |61| P. RABBE, J. FREYCENON, J. HERITIER : stabilité structurale de l'acier ICL 167 SPH. Rapport Creusot-Loire.
- |62| A. HENDRY : Communication privée.

A N N E X E

MISE AU POINT D'UN MONTAGE EXPERIMENTAL D'ESSAIS
DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A HAUTE TEMPERATURE

Dans cette partie, nous décrivons le dispositif expérimental que nous avons mis au point pour la réalisation d'essais de fatigue plastique oligocyclique à haute température. Nous donnons ensuite les résultats d'essais conduits sur un acier type Z3 CND 17-12.

A.1. DESCRIPTION DU MONTAGE

A.1.1. MACHINE UTILISEE

Rappelons que la machine de fatigue utilisée est une machine hydraulique servocontrôlée MTS de capacité 100 KN. Elle est équipée d'une cellule de charge montée en série avec l'éprouvette mais nous l'avons équipée d'un système de refroidissement.

Afin d'améliorer la rigidité de la machine et compte tenu qu'à haute température les risques de flambage sont augmentés, nous assurons le guidage en translation du vérin par 3 roulements à billes positionnés à 120° et fixés sur un support solidaire du bâti de la machine.

A.1.2. EPROUVETTE

Les éprouvettes de fatigue à chaud sont caractérisées par :

- des têtes filetées
- des collerettes distances de 10 mm, ce qui fixe la longueur utile
- un diamètre utile 10 mm

conformément à la figure A-1.

A.1.3. AMARRAGE DE L'EPROUVETTE

Les mors d'adaptation |1| et |2| en acier Z 30 C 13 sont respectivement vissés dans la cellule de charge et dans le vérin.

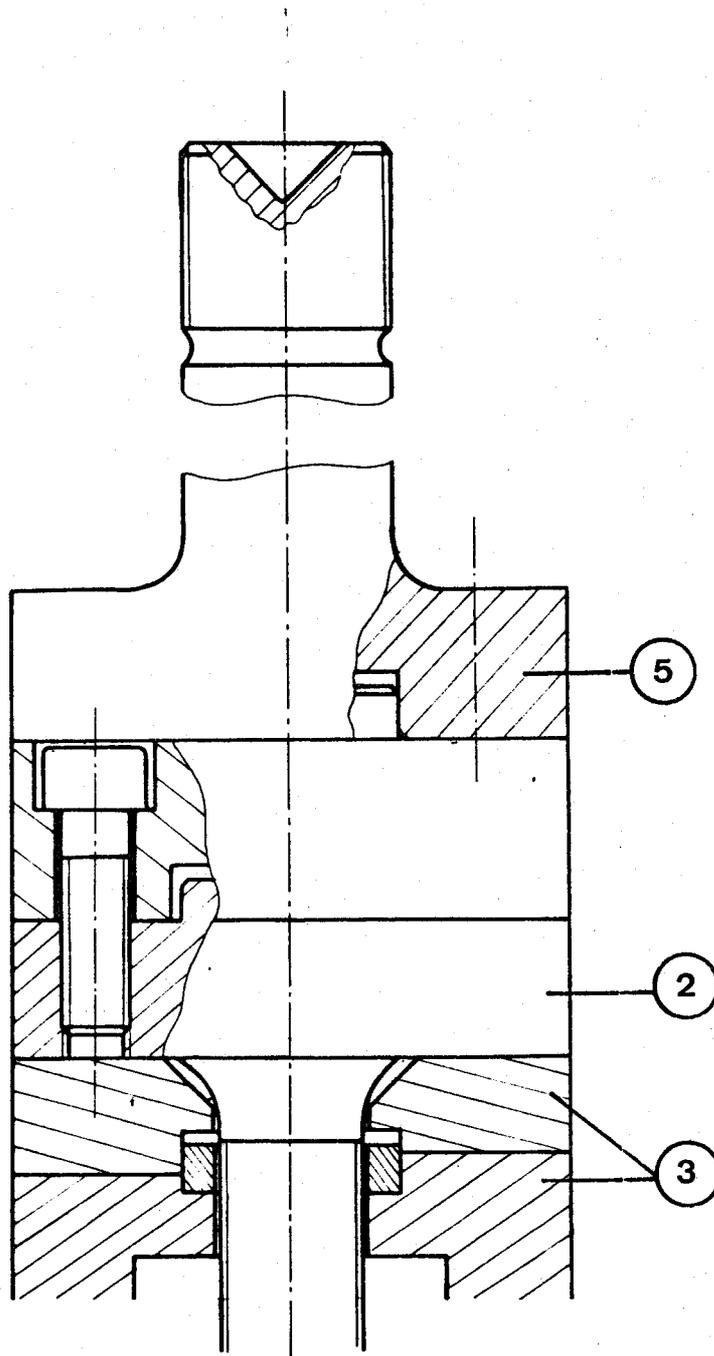


FIGURE A-2

Mors d'amarrage pour essais de fatigue à chaud

Montage supérieur identique



Une circulation d'eau dans leur embase en permet le refroidissement.

Les extrémités de l'éprouvette vissées dans des noix |6| et |7| en nimonic s'appuient sur des cônes de centrage sur les pièces |4| et |5|.

Le blocage est assuré par les contre écrous |8| et |9| fabriqués en nimonic pour réduire le grippage éventuel (Figure A-3).

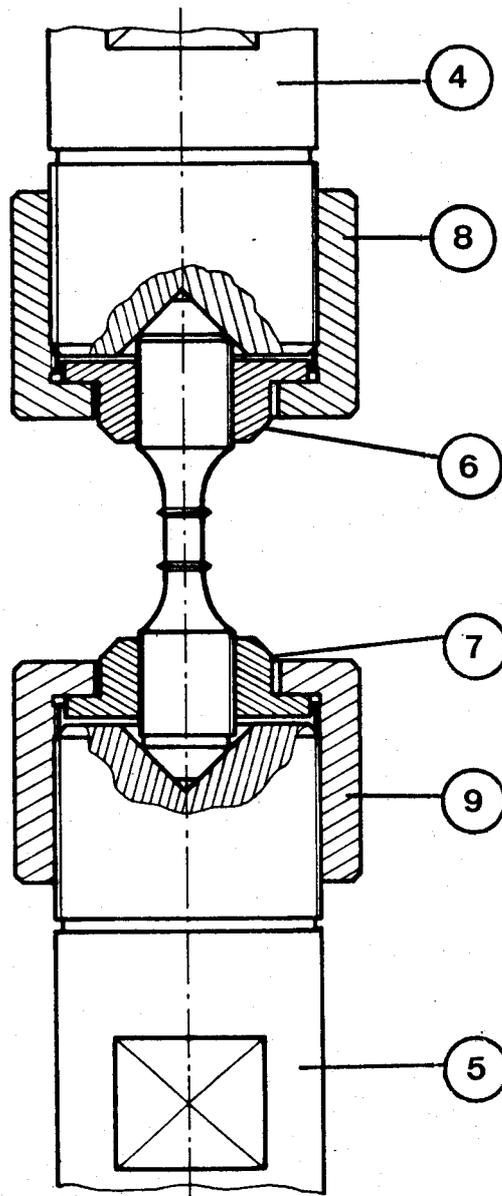


FIGURE A-3

Amarrage en fatigue à chaud

Des essais préalables nous ont montré que les parties filetées étaient moins sujettes au grippage quand elles étaient enduites de graphite et de nitrure de bore.

A.1.4. EXTENSOMETRIE

Le capteur de déformation longitudinale est un extensomètre inductif (RDP) de course ± 2 mm et d'incertitude en linéarité inférieure à 0,5 %.

Le pont d'extensométrie connecté à ce capteur est celui du capteur de déplacement du vérin de la machine MTS. Il permet de faire varier la pleine échelle de mesure de ± 10 V = ± 2 mm à ± 10 V = $\pm 0,2$ mm.

Ce capteur contrôle la déformation longitudinale de l'éprouvette par l'intermédiaire de tiges de renvoi en nimonic qui se déplacent l'une par rapport à l'autre.

Les tiges de renvoi sont pourvues d'un système de refroidissement, à air comprimé afin d'éliminer toute dérive électrique du capteur ainsi qu'un endommagement par échauffement.

La photo A-1 donne une vue de ce dispositif.

A.1.5. CHAUFFAGE

Les hautes températures sont obtenues par l'intermédiaire d'un four cylindrique ouvrant MAYES permettant d'atteindre 800°C.

Ce four est composé de 3 zones de chauffe afin de réduire les gradients thermiques sur l'éprouvette.

Pour l'isolation thermique, nous avons utilisé des disques d'abestolox (composé à base d'amiante) au-dessus du four et de la laine de quartz en-dessous afin de ne pas gêner les déplacements des barres d'extensométrie. La régulation de la température se fait grâce à un thermocouple coaxial chromel/alumel placé à 2 cm de l'éprouvette de façon à réduire les fluctuations de température en surface de l'éprouvette. La température de l'éprouvette est mesurée par un thermocouple chromel/alumel fixé à sa partie utile à l'aide d'un cordon d'amiante.

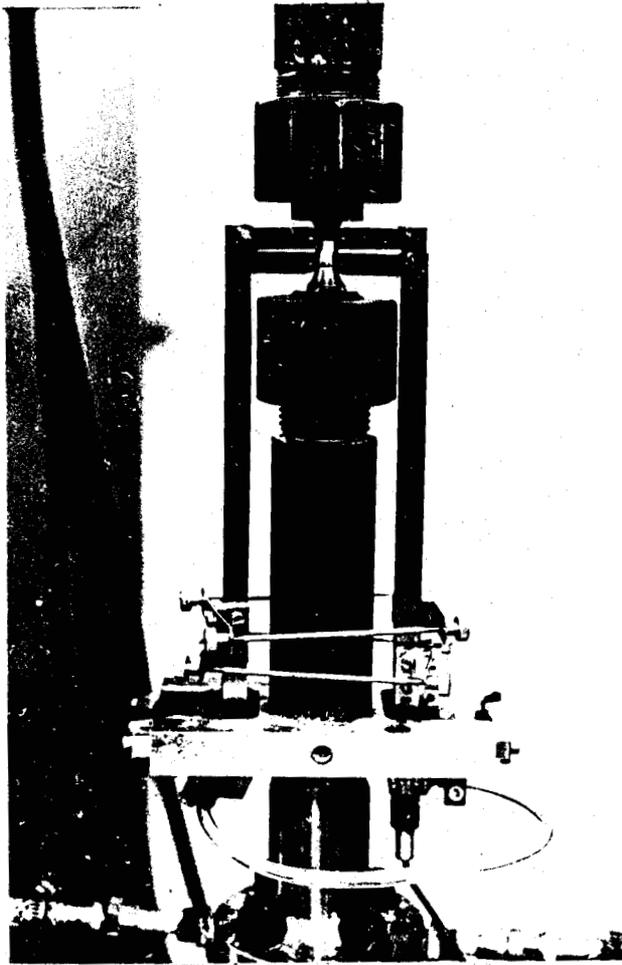


PHOTO A-1

*Système de mesures de déformations pour essai
de fatigue oligocyclique à chaud*



La photo A-2 présente une vue d'ensemble du montage

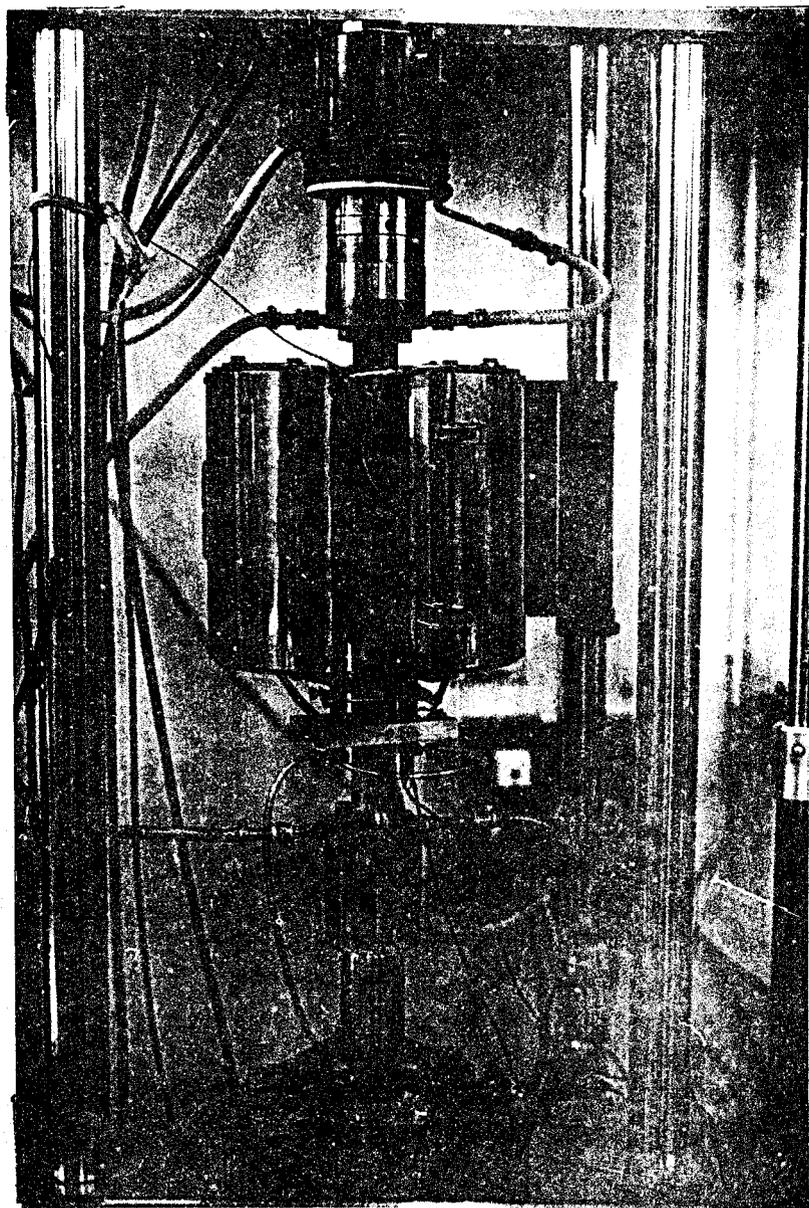


PHOTO
LILLE

PHOTO A-2
Vue d'ensemble du montage

A.2. ETALONNAGE DU FOUR

L'étalonnage du four a pour but d'obtenir le plus faible gradient thermique possible le long de l'éprouvette.

Nous avons soudé sur une éprouvette d'essais à chaud sans collerettes 3 fois 3 thermocouples Cr/Al à 120° sur 3 niveaux (photo A-3).



PHOTO A-3

Etalonnage du four

Nous sommes aussi parvenus à régler les 3 zones de chauffe, la pente de montée en température (en ajustant le gain proportionnel) et l'amplitude des oscillations autour de la consigne (en jouant sur le coefficient dérivé) pour obtenir des variations de température inférieures à 5°C sur une longueur de génératrice de 20 mm.

A.3. ESSAIS DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A 600°C

Ces essais entrent dans le cadre du programme d'essais croisés de fatigue oligocyclique à chaud de la Société Française de Métallurgie (Commission de Fatigue des Métaux; GT5 fatigue à chaud).

A.3.1. MATERIAU TESTE

Il s'agit de la nuance Z3 CND 17-12 hypere trempé. Les principales caractéristiques d'identification sont les suivantes :

- appellation : ICL 167 SPH
- coulée : T 9075
- tôle : 2000 x $\overrightarrow{7000}$ x 30 mm
- repère : SQ

A.3.2. CONDITIONS DES ESSAIS

Nous avons réalisé à 600°C 2 essais de fatigue à $\Delta\epsilon_t = 0,7\%$ et 3 essais à $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ à la vitesse de déformation totale $\Delta\epsilon_t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ sous chargement triangulaire alterné.

A.3.3. RÉSULTATS DES ESSAIS

Ils sont consignés dans le tableau A-1.

Nous avons alors placé les points expérimentaux sur les figures A-4 et A-5 respectivement courbes de MANSO-N-COFFIN et d'endurance. Ces courbes sont la synthèse des résultats des différents laboratoires ayant participé à ce programme. Nos valeurs s'intercalent parmi celles obtenues par les autres laboratoires. Elles sont de plus, directement comparables avec celle de l'IRSID, qui a adopté le même type d'éprouvette.

Dans tous les cas, sauf pour l'éprouvette SQ 96, la rupture s'est produite hors de la base de mesure de l'extensomètre.

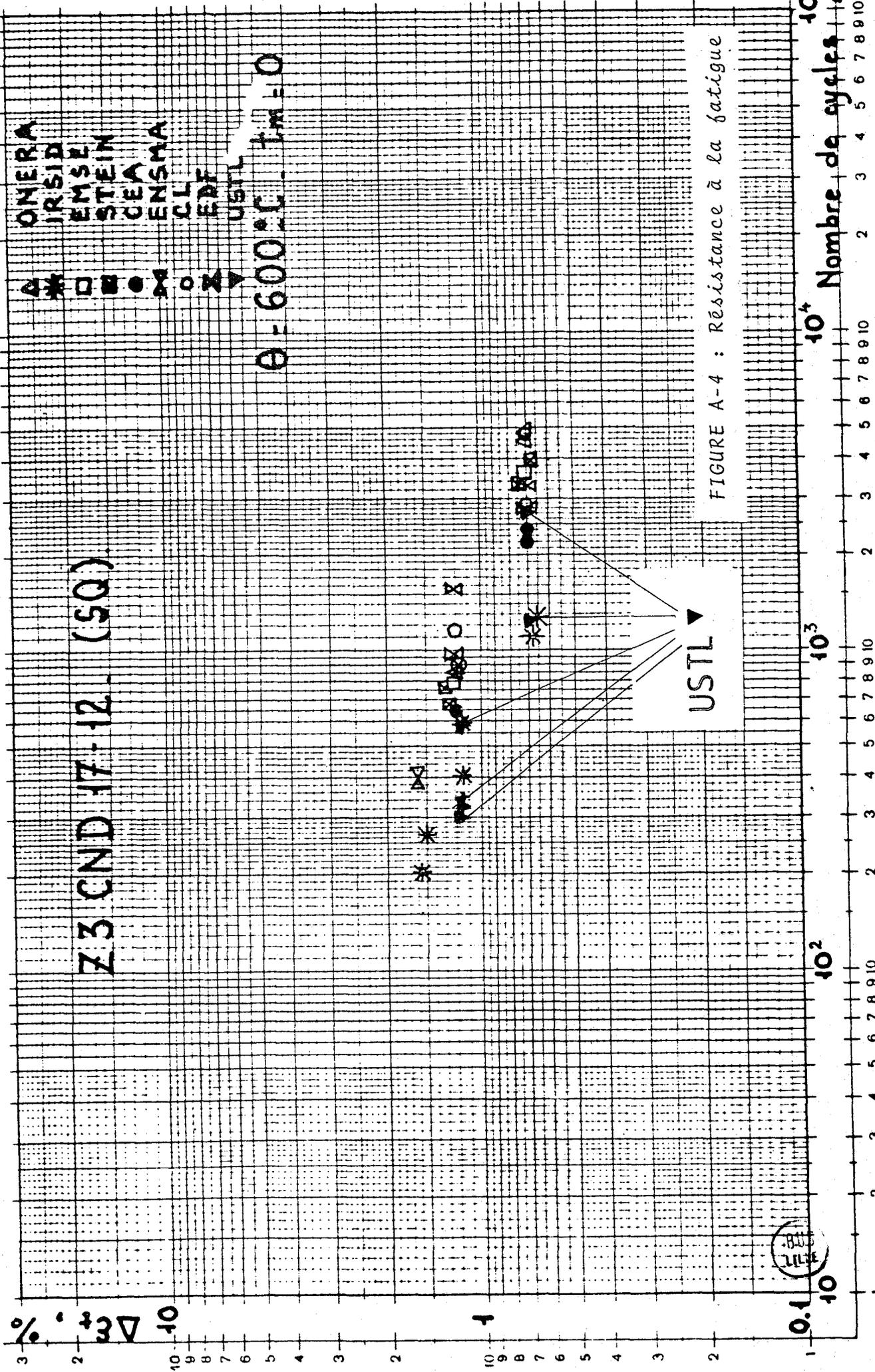


FIGURE A-4 : Résistance à la fatigue

1961

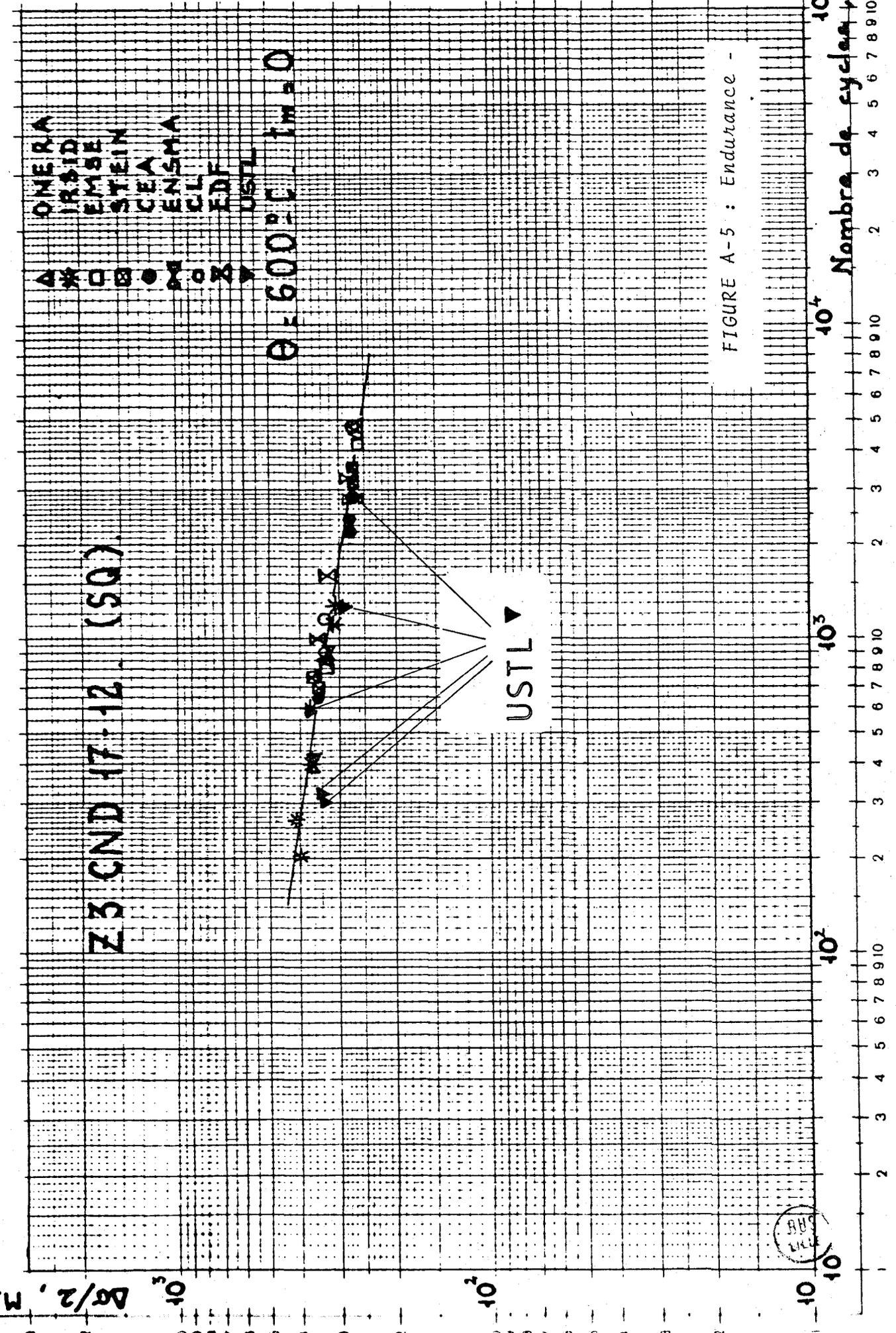


FIGURE A-5 : Endurance -

374
144

Amplitude de contrainte : σ_a (N/mm²)

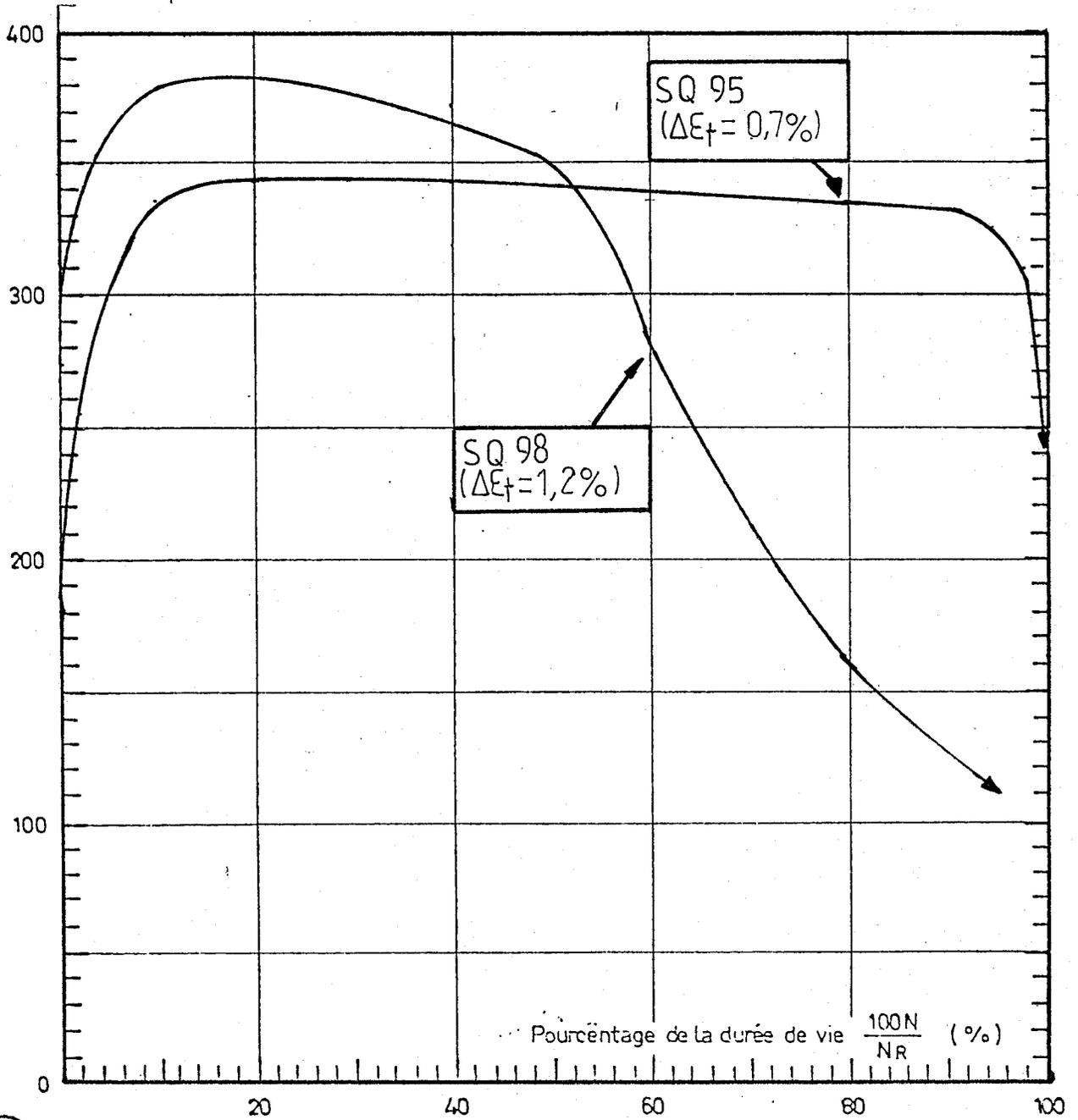


FIGURE A-6 : Evolution de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie - 167 SPH - 600°C

Eprouvette	N_R	N_{25}	ϵ_{ta} (%)	ϵ_{pa} (%)	ϵ_{ea} (%)	σ_a (MPa)	σ_a max (MPa)	σ_t max (MPa)	σ_{ao} (MPa)
SQ 95	1234	1215	0,690	0,292	0,398	293	293	141	181
SQ 96	2750	2300	0,688	0,304	0,384	275	275	134	143
SQ 97	323	323	1,168	0,696	0,472	344	355	-	166
SQ 98	582	355	1,192	0,690	0,571	376	377	185	244
SQ 99	299	299	1,190	0,704	0,486	340	353	172	163

N_{25} : nombre de cycles correspondant à une chute de σ_t max de 25 % (contrainte maxi en traction)

TABLEAU A-1
Résultats d'essais de fatigue

La figure A-6, représentant l'évolution de la contrainte en fonction du pourcentage de durée de vie pour l'essai SQ 95 ($\Delta\epsilon_t = 0,7$ %) et l'essai SQ 98 ($\Delta\epsilon_t = 1,2$ %), montre que la période de propagation de la (ou des) fissures peut être très longue (environ 50 % N_R).

A.4. CONCLUSION

Nous avons mis au point un montage expérimental apte à fournir des résultats fiables d'essais de fatigue oligocyclique à chaud.



Le rôle que jouent les hétérointerstitiels sur les caractéristiques mécaniques des alliages est considérable. Ceci nous a conduit à étudier cette influence sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques destinés à l'industrie nucléaire. En présence de carbone, l'amélioration de la résistance mécanique perd l'essentiel de son intérêt à cause d'une détérioration de la tenue à la corrosion. Nous avons choisi d'étudier le rôle de l'azote.

Les aciers étudiés sont de type 18-12 à teneur en azote comprise entre 0,03 % et 0,25 %.

L'érouissage cyclique montre, par rapport à l'érouissage monotone, un adoucissement à basses déformations et un durcissement à fortes déformations.

L'évolution des contraintes au cours du cyclage est discutée dans la période d'accommodation. Cette phase comporte un durcissement initial croissant avec la teneur en azote suivie par un adoucissement d'autant plus intense que la teneur en azote est élevée.

Les dispositifs expérimentaux que nous avons mis au point permettent une étude entre 0,6 % et 2,5 % de déformation totale et jusque 600°C.

La durée de vie en fatigue augmente continuellement avec la teneur en azote et avec le niveau de déformation imposé pour $\Delta\epsilon_t > 1$ %.

Nous avons établi que l'amélioration constatée au niveau de la durée de vie passe par un optimum au voisinage de 0,12 % N. La modélisation des résultats que nous proposons est dérivée de la loi de MANSON-COFFIN.

Mots-Clefs : fatigue oligocyclique

azote

aciers inoxydables austénitiques