

50376
1986
123

50376
1986
123

N° d'ordre : 675

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Suzanne DEGALLAIX

Maître de Conférences

Docteur 3e cycle



**ROLE DE L'AZOTE INTERSTITIEL ET COMBINE SUR LE
COMPORTEMENT EN PLASTICITE CYCLIQUE ET
MONOTONE D'ACIERS INOXYDABLES
AUSTENITIQVES Z2 CND 17-12 (AISI 316L - 316 LN)**

Soutenue le 5 Mai 1986 devant la Commission d'Examen

MM. B. ESCAIG
C. GASC
A. PINEAU
J. FOCT
T. MAGNIN
P. RABBE
R. TAILLARD

Président
Examineurs

Rapporteurs

Le travail qui a abouti à la rédaction de cette thèse a été mené au laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université des Sciences et Techniques de Lille, sous la direction de Monsieur le Professeur J. FOCT, directeur de ce laboratoire. Je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance pour l'intérêt et l'attention continuel qu'il a portés à cette étude, par sa clairvoyance et ses réflexions constructives.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur P. RABBE, responsable scientifique du Centre de Recherches d'Unieux (UNIREC), pour l'aide matérielle considérable qu'il nous a fournie, et pour l'intérêt scientifique qu'il a toujours porté à ces travaux. Qu'il soit également remercié d'avoir accepté de faire partie du jury.

Je remercie très sincèrement Monsieur le Professeur B. ESCAIG et Monsieur le Professeur A. PINEAU de l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail, et de participer au jury, le premier en tant que Président, le second en tant qu'examineur.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur C. GASC pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury.

Que Monsieur T. MAGNIN soit vivement remercié pour l'intérêt qu'il a porté à cette étude et les discussions que nous avons eues à son sujet.

Enfin parmi les membres du jury, je tiens à remercier tout particulièrement Monsieur Roland TAILLARD, "microscopiste émérite" du laboratoire, qui a mené les études microstructurales en microscopie électronique en transmission. Grâce à la grande expérience de R. TAILLARD dans ce domaine, ces analyses nous ont permis d'interpréter avec, je pense, le maximum de prudence, les comportements mécaniques observés.

Enfin vient le moment de remercier les autres nombreuses personnes du laboratoire qui ont participé de loin ou de près, expérimentalement ou techniquement, à ce travail.

En particulier, je remercie très chaleureusement J.B. VOGT et G. DEGALLAIX pour leur collaboration expérimentale lors des essais de fatigue, et B. BILLON pour la sienne en microscopie électronique à balayage. Ces collaborations ont été essentielles au déroulement de cette étude.

Ce travail a également bénéficié de la grande compétence technique de L. ANDRIES, pour la réalisation des montages expérimentaux.

Enfin pour la frappe de ce mémoire, je tiens à remercier très sincèrement A. OLIVIER, qui en a tapé la plus grande partie dans des circonstances pas toujours faciles, ainsi que Madame VERIN et Madame TRICOT, secrétaires à l'I.D.N., qui ont gentiment accepté d'y participer.

J'exprime ma reconnaissance à Messieurs CARPENTIER et CARUZZI, pour la reproduction des planches photographiques, et à Mesdames SAINLEGER et FERRAR pour l'impression de ce document.

PLAN DE LA THESE

INTRODUCTION

CHAPITRE PREMIER : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

- I.1. Propriétés métallurgiques des aciers inoxydables austénitiques
- I.2. Caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques alliés à l'Azote
- I.3. Comportement des aciers inoxydables austénitiques type 316 en sollicitations variables

CHAPITRE DEUXIEME : ETUDE EXPERIMENTALE

- II.1. Caractéristiques des matériaux utilisés
- II.2. Programme d'essais
- II.3. Dispositif expérimental
- II.4. Résultats expérimentaux

APPENDICE : Dispositifs d'essais en traction et en fatigue oligocyclique à l'ambiante et à chaud

CHAPITRE TROISIEME : INTERPRETATION DES RESULTATS

- III.1. Caractéristiques de traction monotone
- III.2. Fatigue oligocyclique
- III.3. Effet Portevin - Le Chatelier

CONCLUSION

SOMMAIRE

* Un plan plus détaillé est donné en début de chaque chapitre

INTRODUCTION

Combiner une bonne résistance à la corrosion à haute température à des caractéristiques mécaniques élevées est sans doute à l'origine du développement des aciers inoxydables austénitiques et de leur importance technologique incontestée. Il s'agit d'aciers à 12 - 30 % Cr et 7 - 25 % Ni, éventuellement additionnés d'autres éléments leur conférant des caractéristiques spécifiques. L'acier inoxydable austénitique Z2 CND17-12 possède à la fois une bonne résistance à la corrosion, grâce essentiellement au Chrome et au Molybdène, et à la corrosion intergranulaire grâce à sa faible teneur en Carbone. Il se caractérise également par une bonne tenue mécanique à chaud, en fluage en particulier.

Ces qualités en ont fait un matériau de choix, utilisé dans les turbines à gaz ou à vapeur, et dans les centrales nucléaires jusqu'à des températures voisines de 600°C, dans des environnements plus ou moins agressifs (air ou sodium liquide).

Ces structures sont soumises à des maintiens à haute température (environ 500°C) et à des transitoires thermiques liés aux différentes allures de la turbine ou du réacteur. Les maintiens en température sous des chargements statiques importants (pression, pesanteur, force d'inertie centrifuge) peuvent conduire à des déformations de fluage. Les transitoires thermiques répétés sont susceptibles de générer des déformations plastiques cycliques, donc de la fatigue. Enfin, des effets de corrosion peuvent apparaître durant les longues périodes de service, favorisés par les hautes températures et les instabilités structurales du matériau. Ceci explique le fort intérêt porté aux études du comportement en fatigue et fatigue/fluage et à l'analyse des interactions fatigue-fluage-oxydation qui se produisent dans ces aciers aux températures d'utilisation.

Malheureusement, la faible teneur en Carbone de l'acier Z2 CND17-12 lui confère une faible limite d'élasticité. L'addition d'Azote permet d'accroître considérablement la limite

d'élasticité et la contrainte à rupture, sans craindre la corrosion intergranulaire qui se produit en revanche avec le Carbone. D'autre part, la présence d'Azote offre des avantages considérables, tant du point de vue économique et métallurgique que du point de vue mécanique, comme le prouve la littérature sur ce sujet.

Une nuance d'acier Z2 CND17-12 à 0,07-0,08 % N a été en particulier élaborée pour la construction de la cuve centrale et des circuits chauds des réacteurs à neutrons rapides (centrales Super Phénix). Cette nuance a fait et fait encore l'objet de nombreuses études en fatigue/fluage/oxydation.

Mais le problème se pose de l'intérêt que présenterait une addition beaucoup plus importante d'Azote, vis à vis du comportement en fatigue plastique de ces aciers. En effet, de telles nuances ont été mises au point et sont actuellement déjà utilisées. Mais si l'effet de l'Azote sur leur stabilité structurale d'une part, et leur tenue en sollicitations statiques (traction et fluage en particulier) d'autre part, ont fait l'objet de nombreuses études, l'influence de l'Azote sur leur comportement en sollicitations cycliques fait défaut. C'est pourquoi, en collaboration avec la Société Creusot-Loire (Centre de Recherche d'Unieux), nous avons entrepris d'étudier le comportement en traction monotone et fatigue oligocyclique d'aciers Z2 CND17-12 alliés à des teneurs en Azote allant de 0,03 % à 0,25 % ; en particulier nous nous sommes proposés d'analyser l'effet de l'Azote, tant interstitiel (aciers à l'état hypereffé) que combiné (aciers à l'état vieilli) sur la plasticité monotone et cyclique de tels aciers.

Le premier chapitre de cette thèse est consacré à une étude bibliographique en trois parties. La première partie passe en revue les effets de l'Azote sur les propriétés métallurgiques des aciers inoxydables austénitiques, tandis que la seconde partie traite de l'influence de l'Azote sur les propriétés mécaniques (traction, résilience, fluage, fatigue), plus particulièrement des aciers type 18/10 (Série AISI 300) ; cette analyse met en évidence le peu de données disponibles concernant le comportement en fatigue des aciers inoxydables austénitiques alliés à l'Azote. Enfin, dans la troisième par-

tie, nous faisons le point sur les connaissances actuelles concernant le comportement en plasticité cyclique des aciers Z2 CND17-12 non alliés à l'Azote, analyse qui nous servira de base de comparaison.

Le second chapitre décrit les matériaux étudiés, le programme d'essais (traction monotone et fatigue oligocyclique) et les résultats expérimentaux obtenus. Les montages expérimentaux sont présentés en appendice. Huit aciers Z2 CND 17-12 hypere trempés, de teneurs en Azote comprises entre 0,03 % et 0,25 % sont étudiés à 20°C et deux aciers (0,08 % N et 0,25 % N) vieillis sont étudiés à 20 et 600°C.

Le troisième chapitre a pour but de discuter et interpréter les résultats d'essais mécaniques obtenus à 20 puis à 600°C, en traction monotone et en fatigue oligocyclique successivement.

Les résultats de traction monotone sont discutés à la lumière des modèles physiques de durcissement par solution solide.

L'interprétation des résultats de fatigue oligocyclique s'appuie sur l'analyse des paramètres contrainte, déformation et hystérésis et de leurs variations au cours du cyclage, et plus fondamentalement, sur l'analyse microstructurale des configurations de dislocations et des états de précipitation avant et après déformation plastique cyclique, observés par microscopie électronique en transmission, et sur l'analyse des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage.

Enfin, l'existence d'un fort effet Portevin-Le Châtelier lors des essais à 600°C nous a amenés à une analyse bibliographique des modèles physiques proposés jusqu'ici, et à un essai d'interprétation de nos résultats.

Enfin, nous avons confondu dans le même chapitre les conclusions du Chapitre III et les conclusions générales de notre travail.

CHAPITRE I

ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

PLAN DU CHAPITRE I

I.1. CARACTERISTIQUES METALLURGIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

I.1.1. INTRODUCTION

I.1.2. STABILITE DE L'AUSTENITE

I.1.2.1. Déstabilisation de l'austénite par
formation de ferrite

I.1.2.2. Déstabilisation de l'austénite par
formation de martensite

I.1.2.3. Déstabilisation par précipitation
à haute température

a - Généralités

b - Séquences de Précipitation
Phases rencontrées

c - Influence de la composition

d - Influence des traitements
thermomécaniques

I.1.3. PROCEDES DE DURCISSEMENT

I.1.3.1. Durcissement par solution solide

I.1.3.2. Durcissement par affinage du grain

I.1.3.3. Durcissement par précipitation

I.1.3.4. Durcissement par écrouissage

I.1.4. RESISTANCE A LA CORROSION

I.1.5. CONCLUSION

I.2. CARACTERISTIQUES MECANQUES DES ACIERS INOXYDABLES
AUSTENITIQUES ALLIES A L'AZOTE

I.2.1. INTRODUCTION

I.2.2. PROPRIETES EN TRACTION MONOTONE DES ACIERS
INOXYDABLES AUSTENITIQUES TYPE AISI 316 L A
L'AZOTE

I.2.2.1. Effet de l'Azote sur les constantes
élastiques des aciers inoxydables
austénitiques

I.2.2.2. Effet de l'Azote et de la taille de
grain sur les caractéristiques en
traction monotone de l'acier AISI
316 L

I.2.2.3. Effet de la température et de la vitesse
de déformation

I.2.2.4. Effet d'un prétraitement thermomécanique

I.2.3. TENACITE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES
TYPE AISI 304 ET 316 A L'AZOTE

I.2.4. PROPRIETES DE FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES
AUSTENITIQUES AISI 316 ET 316 L. INFLUENCE DE
L'AZOTE

I.2.4.1. Aspects phénoménologiques du fluage
des aciers type AISI 316

I.2.4.2. Cartes de rupture par fluage des aciers
type AISI 316

I.2.4.3. Effet des éléments d'alliage sur le
fluage des aciers type AISI 316

a - Effet du Carbone

b - Effet de l'Azote et d'autres élé-
ments d'alliage

I.2.5. INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES EN FATIGUE
DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES

1.2.5.1. Effet de l'implantation d'ions d'Azote

1.2.5.2. Effet de l'Azote interstitiel

I.3. COMPORTEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES
TYPE 316 EN SOLLICITATIONS VARIABLES

I.3.1. INTRODUCTION

I.3.2. FATIGUE PLASTIQUE DES ACIERS TYPE 316-316L

I.3.2.1. Consolidation cyclique - Aspects
microstructuraux

- a - Microstructure initiale de l'acier
type 316L hypertrempé
- b - Déformation cyclique du monocristal
de 316L orienté pour le glissement
simple
- c - Déformation cyclique des poly-
cristaux d'aciers 316 et 316L
- d - Interactions écrouissage-fatigue
dans les 316 - 316L
- e - Courbes de consolidation cyclique
- f - Effet Rochet
- g - Conclusions

I.3.2.2. Durées de vie en fatigue oligocyclique

- a - Effet de la température
- b - Effet de la vitesse de déformation
- c - Effets d'une contrainte moyenne et
d'un préécrouissage
- d - Effets de la composition, de la
taille de grain et du traitement
thermique

I.3.3. INTERACTIONS FATIGUE - FLUAGE DANS LES ACIERS
316 - 316L

- I.3.3.1. Ecrouissage cyclique en fatigue -
relaxation
- I.3.3.2. Durées de vie en fatigue - relaxation
- I.3.3.3. Aspects microstructuraux du comporte-
ment en fatigue - relaxation
 - a - Précipitations en fatigue-relaxation
 - b - Sous-structures de dislocations en
fatigue-relaxation
 - c - Modes de rupture en fatigue -
relaxation

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I

I.1. LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES : CARACTERISTIQUES METALLURGIQUES

I.1.1. INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques classiques sont des aciers au Chrome (16-26 %, leur conférant "l'inoxidabilité") alliés au Nickel (6-22 %, leur conférant la structure austénitique) pour la série AISI 300 ou alliés à de moindres quantités de Nickel (3,5-6 %), cet élément étant alors remplacé par une addition gammagène, en particulier l'Azote et (ou) le Manganèse (le Manganèse accroît la solubilité de l'Azote) pour la série AISI 200. La composition de ces aciers selon la norme AISI est donnée dans le tableau I.1.1.

Ces aciers ont une faible conductivité thermique ($k_t = \frac{14 \text{ kcal.m}}{\text{h.m}^2.\text{deg}}$) mais un fort coefficient de dilatation thermique ($\alpha = 16.10^{-6}/\text{deg}$).

La structure austénitique, obtenue par trempe sévère après austénisation vers 1050-1200°C, n'est pas parfaitement stable vis-à-vis des transformations de phase et présente d'autre part des caractéristiques mécaniques relativement faibles. (tableau I.1.1.). Nous nous proposons, par une revue bibliographique sur cette classe d'aciers, d'examiner la stabilité de la structure austénitique, les modes de durcissement possibles et la résistance à la corrosion en fonction de la composition.

<i>AISI type</i> <i>composition</i>	301	302	304	310	316	321	347	201	202
C%	0.15	0.08	0.08	0.25	0.08	0.08	0.08	0.15 max	0.15 max
Mn%	—	—	—	—	—	—	—	5.5/7.5	7.5/10.0
Cr%	16/18	17/19	18/20	24/26	16/18	17/19	17/19	16/18	17/19
Ni%	6/8	8/10	8/12	19/22	10/14	9/12	9/13	3.5/5.5	4.0/6.0
Mo%	—	—	—	—	2/3	—	—	—	—
Ti%	—	—	—	—	—	5×C	—	—	—
Nb%	—	—	—	—	—	—	10×C	—	—
N ₂ %	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.25 max	0.25 max
<i>Typical properties</i>									
<i>Solution treated:</i>									
Tensile strength MN/m ²	571	541	541	571	571	541	556	806	741
0.2% Proof stress MN/m ²	247	247	247	247	247	247	247	386	371
% Elongation	50	50	50	50	50	50	50	48	50
Standard 300 series of Cr-Ni steels							Low Ni, 200 series, Mn + N ₂ replacing some nickel		

Tableau I.1.1.

Compositions (selon la norme AISI) et propriétés mécaniques
des aciers inoxydables austénitiques

I.1.2. STABILITE DE L'AUSTENITE

I.1.2.1. Déstabilisation de l'Austénite par formation de ferrite

Les aciers inoxydables austénitiques contenant des éléments alphagènes (Cr, Mo), ils sont susceptibles de présenter un taux de ferrite non nul. La présence de ferrite δ facilite le soudage de ces aciers par atténuation des risques de

fissuration à très haute température; en effet, la ferrite étant plus ductile à haute température, elle permet au métal de s'accommoder plus facilement aux fortes contraintes induites lors du soudage, qui sont habituellement à l'origine de la fissuration. Néanmoins la présence de ferrite δ se révèle néfaste bien souvent, car elle fragilise l'acier aux températures usuelles d'utilisation, et rend plus difficile la mise en forme à haute température [1]; elle doit être réduite à ce titre.

La stabilité de l'austénite est essentiellement due au Nickel; mais la possibilité de remplacer cet élément coûteux par d'autres éléments gammagènes est un objectif fréquent. L'Azote peut jouer ce rôle. L'effet gammagène du Nickel dans le système Fe - Cr - C - Ni est visible sur la figure I.1.1 et celui de l'Azote sur la figure I.1.2. [1]. Pour des concentrations massiques identiques, l'Azote a un pouvoir gammagène 25 fois plus important que le Nickel [2]. La solubilité de l'Azote dans l'austénite augmente avec la teneur en Manganèse, mais diminue avec la teneur en Nickel ($4 \cdot 10^{-3}$ % N/% Ni) [2]. Le coefficient de diffusion de l'Azote dans l'austénite Fe - Ni - N croît avec la température et avec la teneur en Ni [3] (figure I.1.3).

L'influence des divers éléments d'alliages peut être appréciée par le diagramme de Schaeffler (figure I.1.4) qui évalue le taux de ferrite d'un acier soudé en fonction des équivalents Chrome et Nickel [4]:

$$Cr_{eq} = (Cr) + (Mo) + 1,5(Si) + 0,5(Nb)$$

$$Ni_{eq} = (Ni) + 0,5(Mn) + 30(C)$$

En présence d'Azote, ce diagramme a été modifié par Delong (figure I.1.5) à l'aide de l'équivalent Nickel [5] :

$$Ni_{eq} = (Ni) + 0,5(Mn) + 30(C) + 30(N)$$

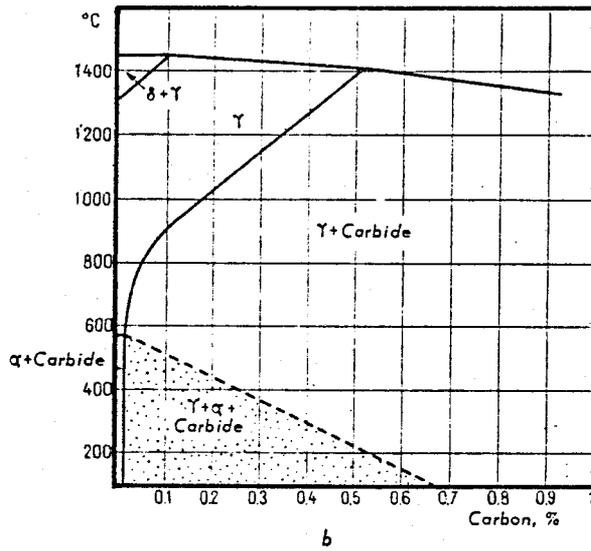
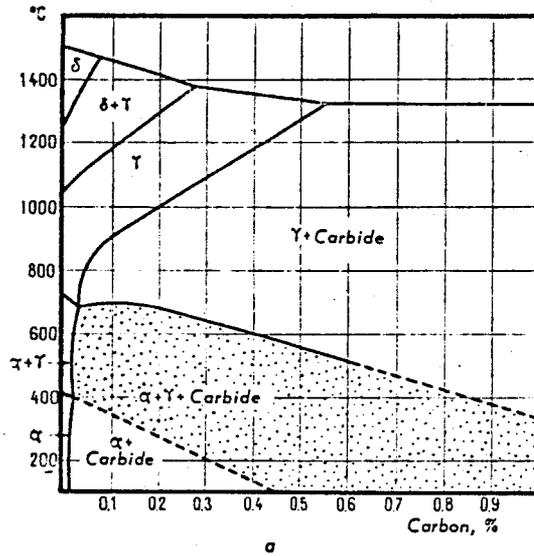


Figure I.1.1
Diagrammes de phase d'aciers contenant 18 % Cr
et : a - 4 % Ni
b - 8 % Ni
d'après [1]

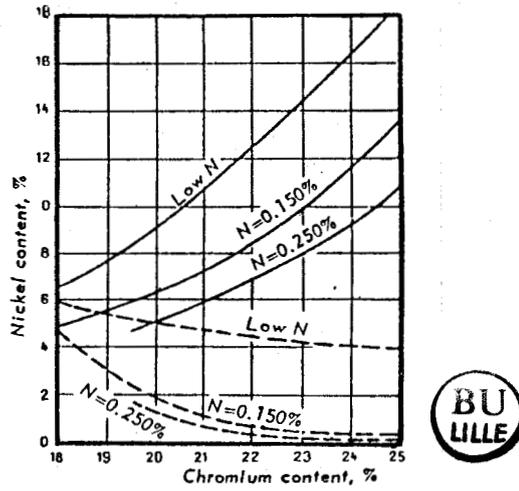


Figure I.1.2

Aciers Cr - Ni - N. Effets de l'addition d'Azote sur les joints de phases austénite - ferrite :

- Austénite au-dessus des lignes continues
- Martensite ou martensite + ferrite en deça des courbes pointillées
- Austénite + Ferrite dans la région intermédiaire d'après [9]

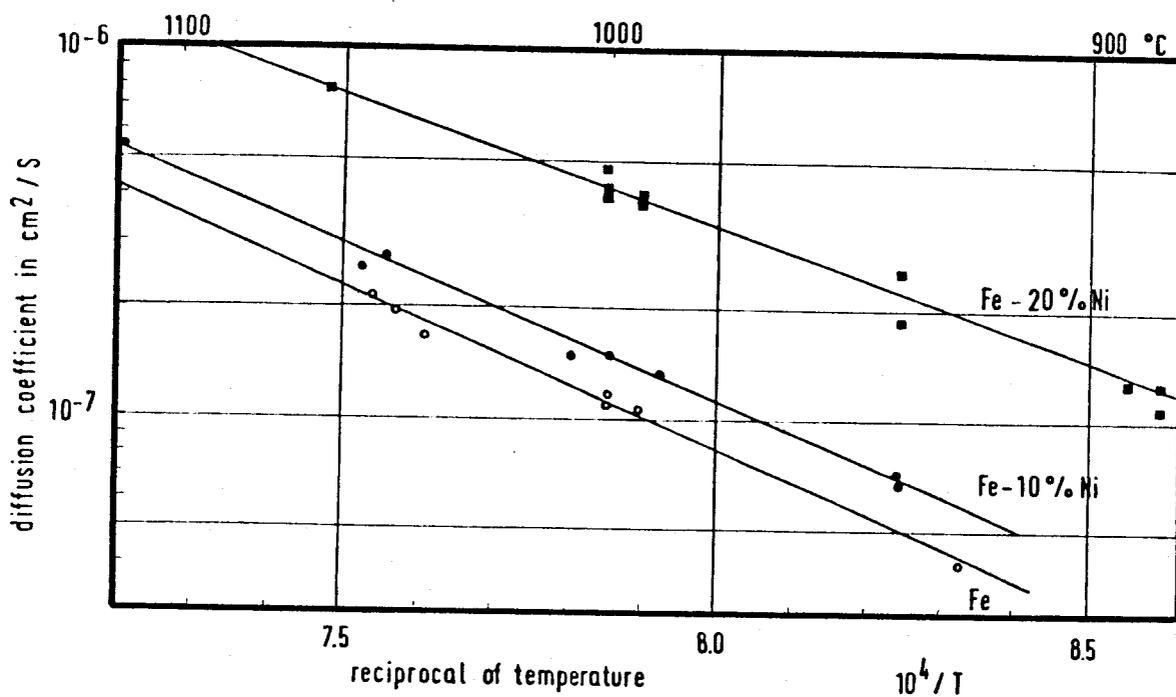


Figure I.1.3
Coefficient de diffusion de l'Azote en fonction de
la température dans Fe, Fe - 10 % Ni
et Fe - 20 % Ni, d'après [3]



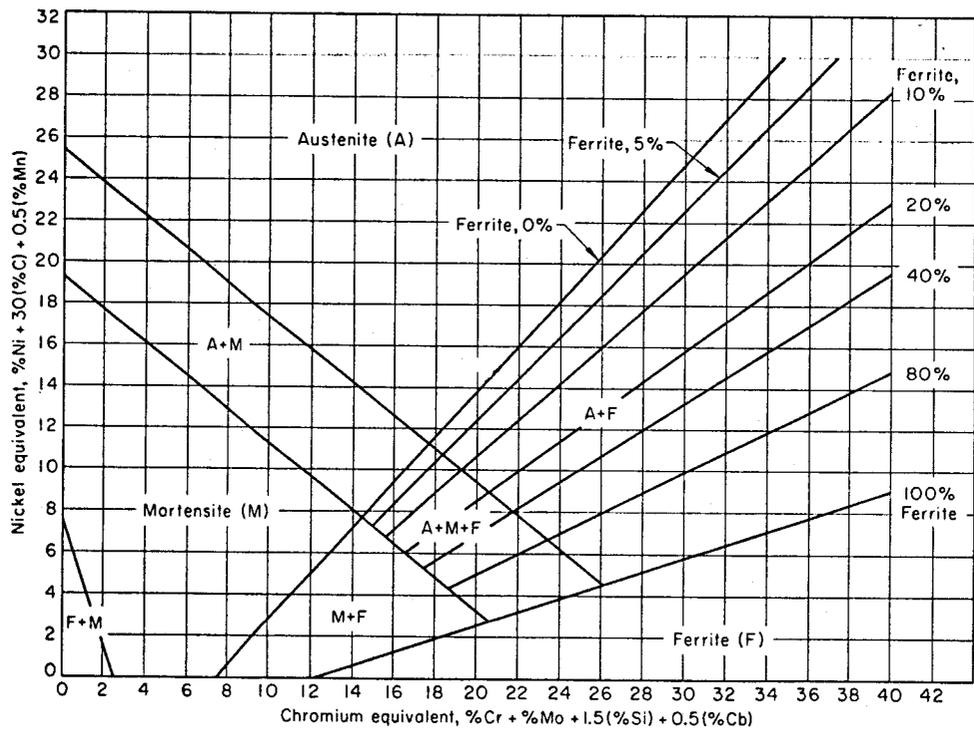


Figure I.1.4
Diagramme de Schaeffler définissant la teneur en
ferrite δ d'un acier inoxydable austénitique soudé
d'après [4]

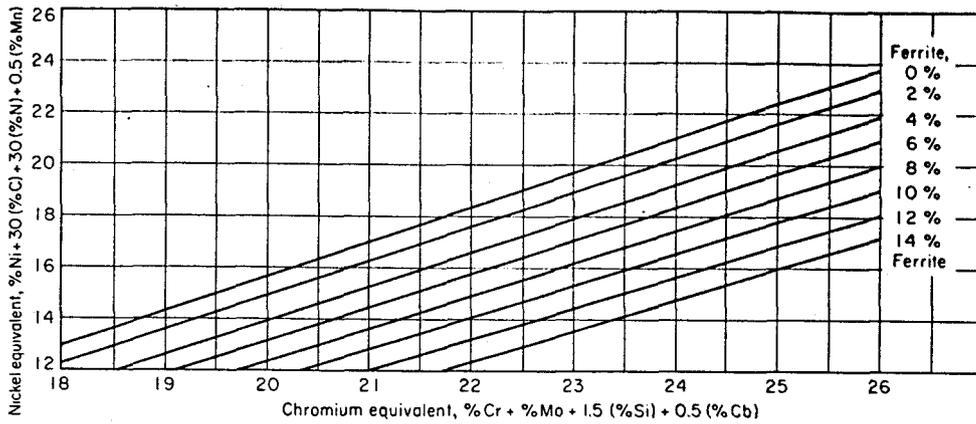


Figure I.1.5

Diagramme de Delong :

Diagramme de Schaeffler modifié en tenant compte de la teneur en Azote, d'après [5]

Le taux de ferrite y est correctement défini pourvu que la teneur en Mn ne soit pas trop élevée.

Pour les fortes teneurs en Mn (>5 %) il semble que les équivalents définis par Hull [6] soient meilleurs, l'effet gammagène du Mn étant plus complexe [7] :

$$Cr_{eq} = (Cr) - 1,21(Mo) + 0,48(Si) + 0,14(Nb) + 2,2(Ti)$$

$$Ni_{eq} = (Ni) + (0,11(Mn) - 0,0086(Mn)^2) + 24,5(C) + 18,4(N) + 0,44(Cu)$$

Enfin pour les aciers laminés à chaud (1150°C), Pryce et Andrews [8] leur préfèrent les équivalents :

$$Cr_{eq} = Cr + 3 Si + Mo$$

$$Ni_{eq} = Ni + 0,5 Mn + 21 C + 11,5 N$$

et établissent le diagramme de la figure I.1.6.

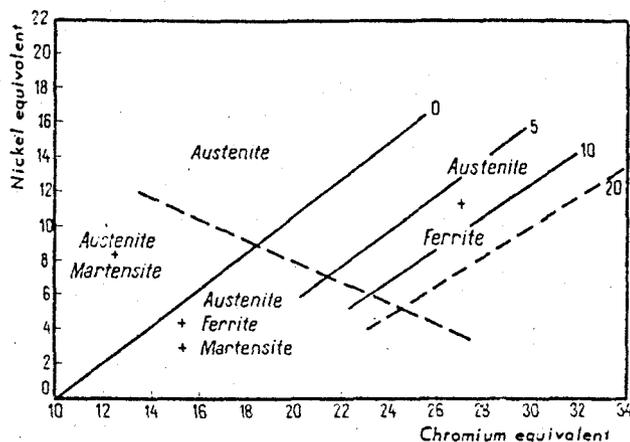


Figure I.1.6

Diagramme de phases des aciers inoxydables à la température de laminage de 1150°C, d'après [8]

I.1.2.2. Déstabilisation de l'austénite par formation de martensite

Sous l'effet de traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques, l'austénite peut se révéler instable par formation de martensite α' (CC) et ϵ (HC). Or, si la martensite augmente la dureté des aciers inoxydables austénitiques, elle diminue leur aptitude à la mise en forme.

La stabilité aux basses températures correspond à un abaissement de la température de début de transformation martensitique M_s . La stabilité sous déformation plastique est améliorée par un abaissement de la température M_d . L'effet des éléments d'alliage (en % pds) sur ces températures apparaît dans les formules proposées par Pickering [9] :

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

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

où M_{d30} est la température à laquelle 50 % de martensite apparaît, sous une déformation vraie de 30 % et où les éléments d'alliage apparaissent en % poids. On y distingue, entre autres, le fort effet stabilisant de l'Azote.

Castro et al. [10] ont montré qu'un acier "A" (Z7CN18-12) ne présente de martensite ni après déformation en traction à température ambiante ni après refroidissement à -196°C , contrairement à un acier "B" (Z7CN17-8) instable en déformation à température ambiante mais stable à -196°C , et à un acier "C" (Z5CN17-7) instable vis-à-vis à la fois d'un refroidissement à -196°C et de la déformation à température ambiante. Ils attribuent la diminution de stabilité à la réduction de teneur en Ni (aciers B et C par rapport à l'acier A) et en Carbone + Azote (acier C par rapport aux aciers B et A).

Briant et Ritter [11] ont examiné l'effet du Mo et constaté que la déformation à température ambiante d'un acier Z6CN18-12 induit de la martensite, tandis que celle d'un acier Z6CND18-12 (2 à 3 % Mo) n'en induit pas.

Post et Eberly [12] ont défini la stabilité de la phase γ par un indice de stabilité Δ , fonction des éléments d'addition :

$$\Delta = \text{Ni} + 0,5(\text{Mn}) + 35(\text{C}) - 0,0833(\text{Cr} + 1,5\text{Mo} - 20)^2 - 15$$

Lorsque Δ est positif, l'austénite est stable, c'est-à-dire que la quantité de martensite formée soit par écrouissage, soit par trempe à basse température diminue lorsque Δ augmente. La figure I.1.7 montre la limite de stabilité $\Delta = 0$ de l'austénite dans le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 0,1 % C et 2 % Mn et la position qu'y occupent les diverses familles d'aciers inoxydables austénitiques [13]. L'austénite instable se transforme en martensite ϵ , de structure hexagonale compacte, ou en martensite α' , de structure cubique centrée, ou en un mélange $\epsilon - \alpha'$ [14].

L'énergie de faute d'empilement (EFE) est un facteur essentiel pour les transformations martensitiques induites par déformation [15,16]. En effet, un abaissement de l'EFE favorise l'apparition de nombreuses fautes d'empilement bordées par des dislocations dissociées, donc de martensite ϵ qui peut être considérée comme une répétition de ces fautes sur des plans voisins. Cet abaissement favorise d'autre part l'appari-

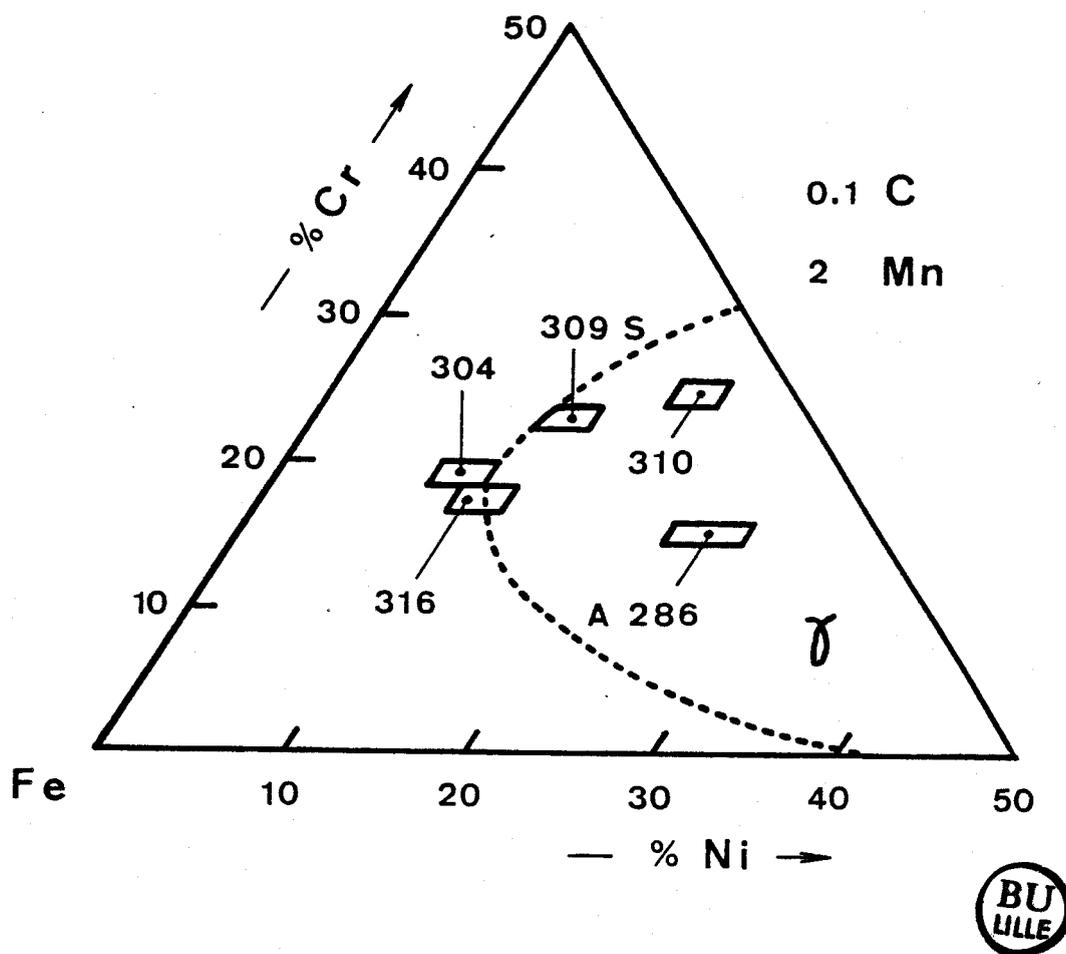


Figure I.1.7

Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni et position des différentes familles d'aciers inoxydables austénitiques (norme AISI)

La ligne pointillée indique la limite du domaine de stabilité de la phase ($\Delta = 0$) d'après [13]

tion de macles dans l'austénite, et de martensite α' . K.B. Guy [17] a étudié la transformation inverse $\alpha'(CC) \rightarrow \gamma(CFC)$ des aciers 18-8 et 18-12, et conclut que les fautes d'empilement proviennent de la transformation $\epsilon \rightarrow \gamma$ et les macles de la transformation $\alpha' \rightarrow \gamma$.

La cinétique de formation de la martensite α' par déformation est fonction de l'EFE par l'intermédiaire de la relation de Angel simplifiée [18,15].

$$\frac{f}{1-f} = A \epsilon^\eta$$

où f est la fraction volumique de martensite α'

ϵ la déformation rationnelle et

η une constante comprise entre 2 et 3

La constante A suit, avec la température, une relation quasiment linéaire en $\frac{1}{T}$. Une variation linéaire avec la température T étant rencontrée pour l'énergie de faute d'empilement γ_E [19], A varie donc en $1/\gamma_E$.

Les éléments réputés capables de réduire l'énergie de faute d'empilement, tels l'Azote [20, 21, 22, 23] tendraient donc à favoriser la formation de martensite induite par déformation.

I.1.2.3. Déstabilisation par précipitation à haute température

Etant donnée la complexité du problème, notre analyse portera essentiellement sur les aciers AISI 316 et 316 L qui font l'objet de notre étude personnelle.

I.1.2.3.a. Généralités

Les aciers inoxydables austénitiques type AISI 316 et 316 L ne sont pas stables lors de maintiens à haute température (500-800°C). Les éléments Cr, Mo, Si, Ti, Nb sont alors responsables d'une déstabilisation de l'austénite par précipi-

tation de carbures, carbonitrides et nitrures, mais aussi de phases intermétalliques σ , χ et η , dont les principaux constituants sont, à côté du fer, le Cr et le Mo. Malheureusement il existe une grande dispersion dans le comportement des différentes coulées. En effet, la précipitation dans ces aciers dépend fortement de la composition chimique, des traitements thermomécaniques antérieurs et des caractéristiques structurales qui en découlent, et surtout de la température et du temps de maintien. De plus l'équilibre thermodynamique n'est pas toujours atteint, même après 10 ans de vieillissement à 600 - 700°C. Enfin l'identification des phases est très difficile et souvent impossible à partir de la seule morphologie [24], les techniques d'attaque ne sont applicables qu'aux grosses particules, et les techniques d'analyses quantitatives ne peuvent généralement pas donner de bons résultats, la répartition des précipités n'étant pas suffisamment homogène. Quelques études ont néanmoins été menées et fournissent un ensemble de résultats intéressants [24, 25, 26, 27, 28].

I.1.2.3.b. Séquences de précipitations. Phases rencontrées

Pour une température de vieillissement supérieure ou égale à 550°C, les carbures $M_{23}C_6$, de structure CFC précipitent les premiers. Leur cinétique de précipitation est contrôlée par la diffusion aisée du Chrome et du Carbone dans l'austénite et par leur ségrégation aux joints; ils apparaissent successivement aux joints de grains, aux joints de mâcles incohérents, puis cohérents, et enfin sur les dislocations (25,26). Ce sont essentiellement des carbures $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$ sous forme de petits cubes ou aiguilles ($\approx 1 \mu m$).

Quand la précipitation de $M_{23}C_6$ est terminée, la coalescence s'amorce, libérant ainsi des sites de nucléation sur lesquels la précipitation des phases intermétalliques χ et η commence. La phase χ , composé Fe - Cr - Mo - Ni de structure CC dont la composition typique, bien

que relativement variable, est $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ précipite aux joints de grains, aux joints de mâcles incohérents puis cohérents, et enfin sur les dislocations. Aux mêmes durées de vieillissement, mais à température légèrement plus basse, apparaît la phase η , composé Mo - Fe - Cr - Ni de structure hexagonale; sa précipitation est essentiellement intragranulaire et exceptionnellement intergranulaire. La fin de ces stades de précipitation et la coalescence des précipités amènent à nouveau des sites de nucléation, cette fois pour la phase σ . Cette phase σ , composé Fe - Cr - Mo - Ni de structure tétragonale précipite aux mêmes températures que la phase χ . Cette précipitation a lieu aux interfaces de forte énergie (joints de grains à grand angle, joints de mâcles incohérents, points triples) et se poursuit après de forts temps de vieillissement ou à hautes températures, sur les carbures M_{23}C_6 existants ou en remplacement de carbures dissous. La phase σ possède un grand domaine de stabilité temps - température; elle se présente sous forme de particules massives (10-20 μm) fragilisantes pour le matériau.

Enfin en dernier lieu apparaissent les carbures M_6C qui précipitent plutôt dans la matrice, en raison du faible coefficient de diffusion de leur composé essentiel, le Molybdène.

B. Weiss et R. Stickler [25] ont établi les diagrammes précipitation - temps - température définissant les domaines d'existence des diverses phases précipitées dans les aciers 316 et 316 L (figure I.1.8) et un schéma d'interprétation (Figure I.1.9). Structures cristallines et compositions chimiques des diverses phases γ sont définies dans le tableau I.1.2.

Composition et prétraitement des alliages étudiés

Composition, Wt Pct							
Alloy	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fe
316L	0.023	17.3	13.1	2.66	1.74	0.73	balance
316	0.066	17.4	12.3	2.05	1.57	0.21	balance

Alloy	Alloy No.	Pretreatment before aging:	ASTM Grain-Size No.
316L	1	Sol. treat. 1090°C-1 hr-WQ	3/4
316L	2	Sol. treat. 1260°C-1.5 hr-WQ	-1
316L	3	Sol. treat. 1090°C-1 hr-WQ + 20 pct cold work*	3/4
316L	4	Sol. treat. 1260°C-1.5 hr-WQ + 20 pct cold work*	-1
316	5	Sol. treat. 1260°C-1.5 hr-WQ	-1
316	6	Sol. treat. 1260°C-1.5 hr-WQ + 20 pct cold work† + 480°C for 24 hr + 730°C for 216 hr (Garofalo Treatment)	-1

*Tensile deformed at room temperature.
†Rolled at room temperature.

- a - Diagramme temps - température - précipitation de l'acier 316 L mis en solution 1 h 30 et trempé à l'eau.
- b - Diagramme temps - température - précipitation de l'acier 316 L mis en solution 1 h 30, trempé à l'eau et écroui de 20 % à température ambiante avant vieillissement.
- c - Diagramme temps - température - précipitation de l'acier 316 mis en solution 1 h 30 à 1260°C et trempé à l'eau.
- d - Séquence des sites de précipitation des carbures $M_{23}C_6$ dans l'acier 316 L mis en solution 1 h à 1090°C et trempé à l'eau.

Figure I.1.8

Précipitation des aciers 316 et 316 L, d'après [25]

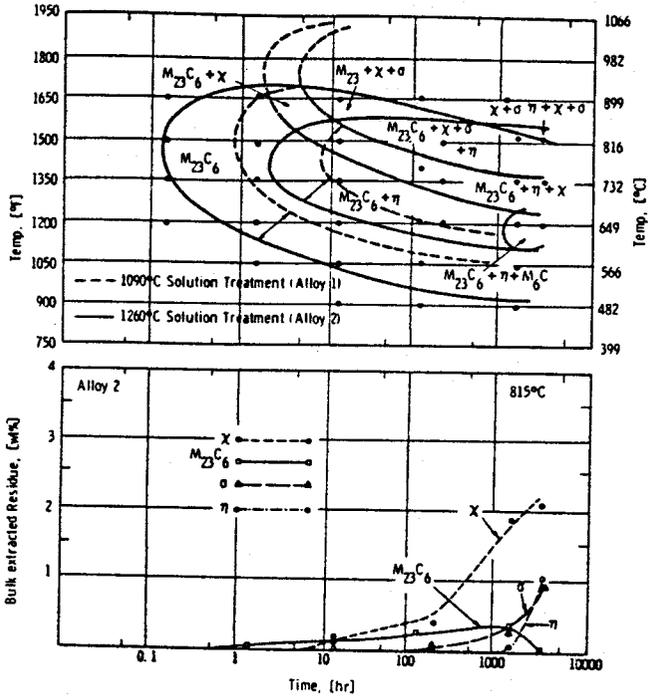


Figure I.1.8.a

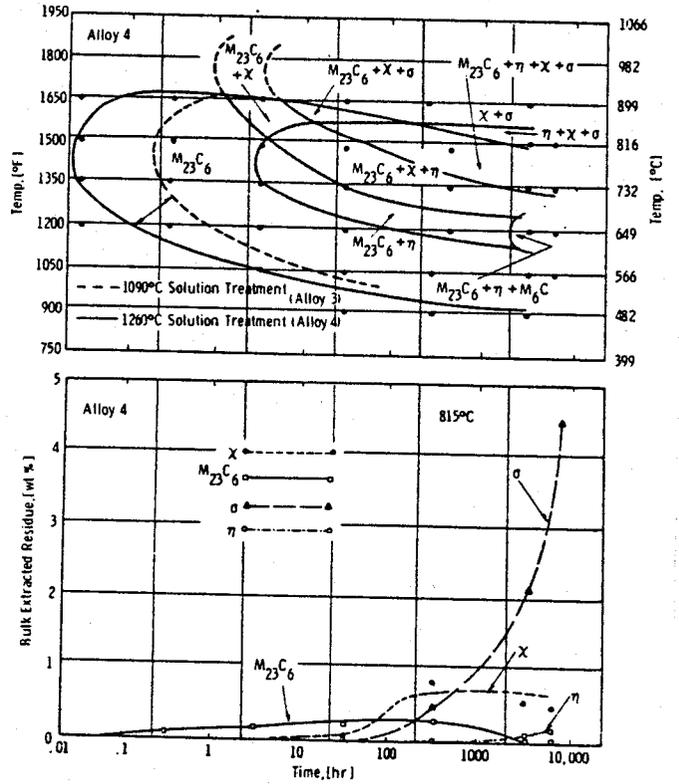


Figure I.1.8.b

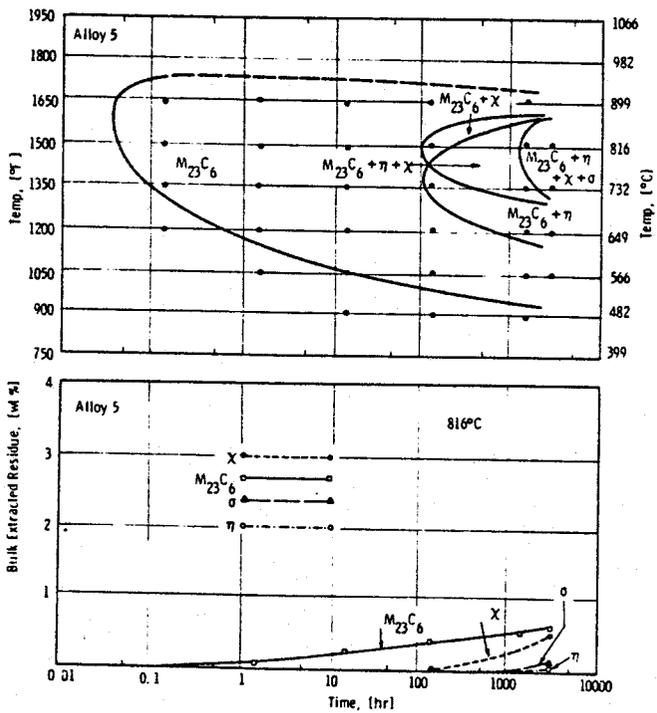


Figure I.1.8.c

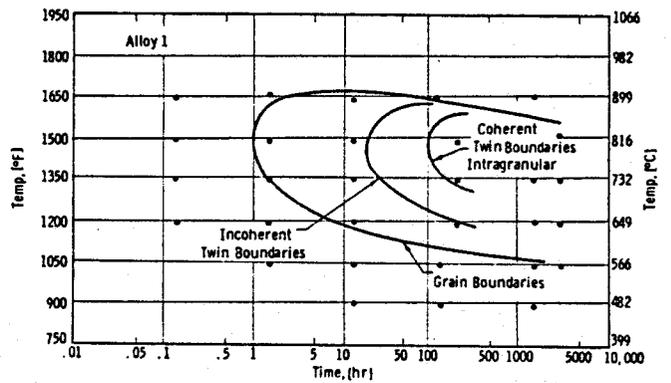


Figure I.1.8.d



Phase	Crystal Structure	Lattice Parameters		Composition, Wt Pct, Determined by Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy																	
		This Investigation	Literature [Ref.]	This Investigation				Literature [Ref.]													
M ₂₃ C ₆	fcc	a ₀ = 10.569(650°C for 1500 hr)	a ₀ = 10.680[8]	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni						
		a ₀ = 10.676(900°C for 150 hr)	a ₀ = 10.638[24] [25] a ₀ = 10.62[27]													14	63	18	5	(Cr ₁₇ Fe _{4.5} Mo _{1.5})C ₆ [8] (FeCr) ₂₃ C ₆ [24]	
M ₆ C	fcc	a ₀ = 10.95 ± 0.01	a ₀ = 10.85[61] a ₀ = 11.11[25]					(Cr, Co, Mo, Ni) ₆ C [61] Fe ₃ Mo ₃ C [35]													
Sigma (σ)	Tetragonal	a ₀ = 8.828 ± 0.001	a ₀ = 8.799Å [36]	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni						
		c ₀ = 4.597 ± 0.001(815°C for 3000 hr)	c ₀ = 4.544Å (for FeCr)													11	29	55	5	FeCr [36]	
		a ₀ = 8.832 ± 0.001	a ₀ = 9.188 [36]													(Fe, Ni) _x (Cr, Mo) _y				MoCr [36]	Fe(CrMo) [36]
		c ₀ = 4.599 ± 0.001(900°C for 150 hr)	c ₀ = 4.812 (for FeMo)																	Mo Cr Fe Ni	8.35 30.84 - 4.1 [11]
Chi (χ)	bcc α-Mn structure	a ₀ = 8.878 ± 0.005	a ₀ = 8.920 [45]	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni						
			a ₀ = 8.878 [46] [47]													22	21	52	5	F ₃₆ C ₁₂ Mo ₁₀ [44] [45]	
			a ₀ = 8.862 [8]																	(FeNi) ₃₆ Cr ₁₈ Mo ₄ [8]	
			a ₀ = 8.89 [42]																	M ₁₈ C [24]	
Laves (η)	Hexagonal	a ₀ = 4.73 ± 0.01	a ₀ = 4.744 [49]	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni						
		c ₀ = 7.72 ± 0.01	c ₀ = 7.725													45	11	38	6	Fe ₂ Mo [49]	
Matrix, Austenitic (γ)	fcc	a ₀ = 3.598	a ₀ = 3.595 [8]	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni	Mo	Cr	Fe	Ni						
																2.66	17.3	bal	13.1	1.99	16.3

Tableau I.1.2
Structure cristalline et composition des phases rencontrées dans les aciers 316 et 316 L vieillis (d'après [25])

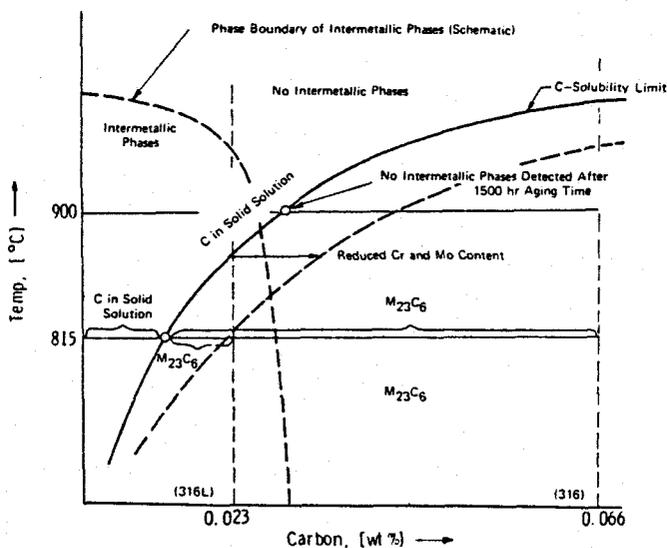


Figure I.1.9
Présentation schématique des domaines de stabilité des carbures et des phases intermétalliques dans les aciers 316 en fonction de la composition de la matrice (d'après [25])

I.1.2.3.c. Influence de la composition

La composition chimique de l'acier a une influence importante sur ce schéma de précipitation.

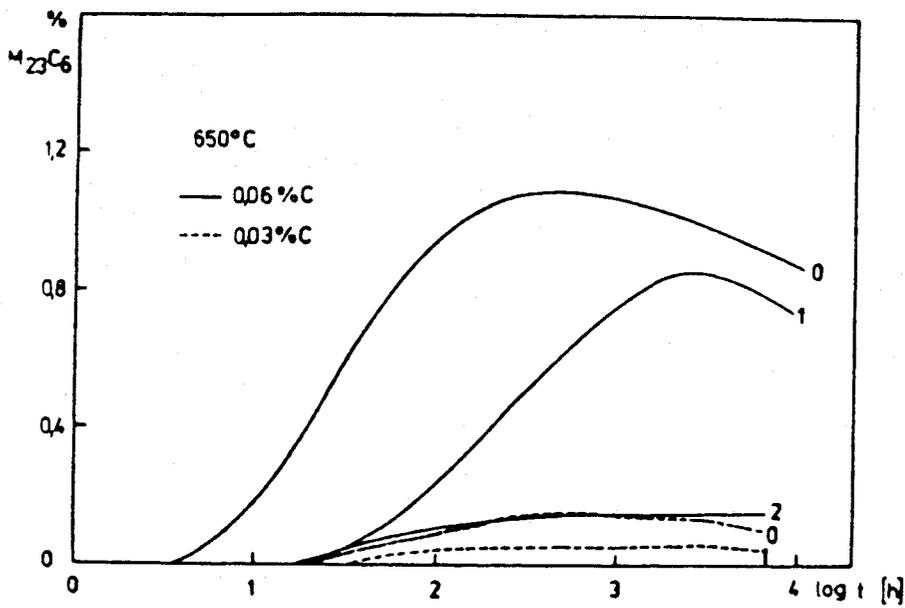
L'appauvrissement en Carbone (316 L par rapport au 316) réduit la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ mais accélère celle des phases intermétalliques [25] (figures I.1.8.a et b, et I.1.9).

Tuma et al. [28] ont analysé l'influence de la teneur en Azote sur la précipitation des carbures (figures I.1.10.a), des nitrures et des phases intermétalliques (figures I.1.10.b) par maintiens d'aciers 316 et 316 L à 650°C.

L'azote, à forte teneur, réduirait la diffusivité du chrome et du carbone dans l'austénite, ralentissant ainsi la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ (figure I.1.10.a) et leur coalescence [25,28,29]. En revanche Y. Kawabe et al. [30] montrent, sur un acier inoxydable austénitique qu'à forte teneur en Carbone et à haute température, l'Azote semble au contraire accélérer la diffusion du carbone et par conséquent la précipitation de carbures. L'effet de l'Azote sur la précipitation de la phase σ est controversé, mais la majorité des auteurs s'accorde plutôt sur un effet de ralentissement.

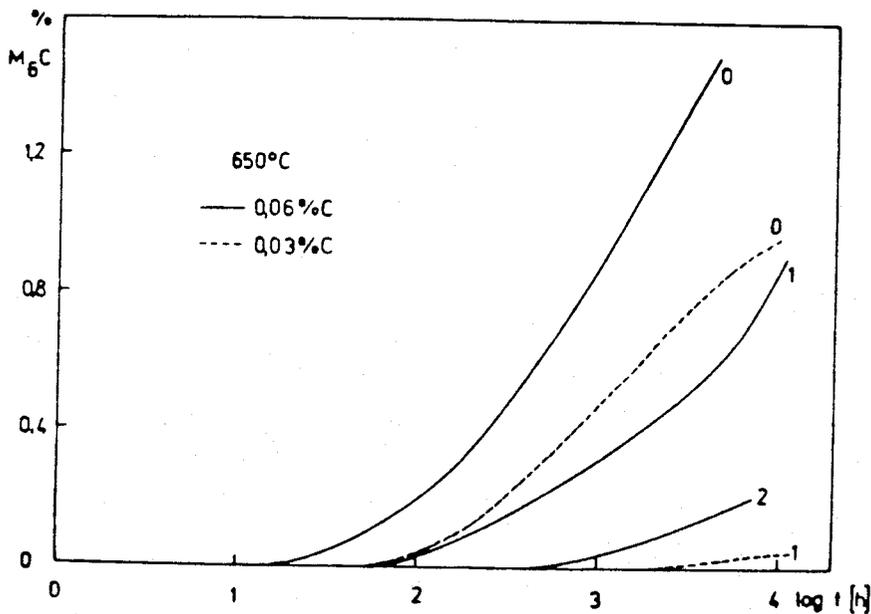
Enfin Carbone et Azote ne gênent la précipitation des phases intermétalliques que lorsqu'ils se trouvent en solution solide.

La présence d'Azote entraîne la précipitation de nitrures de chrome Cr_2N de structure hexagonale compacte, tant inter- que intragranulaire, dont l'enthalpie de formation, voisine de -40 kJ/Mol^{-1} dans les conditions standard, est remarquablement plus faible que celle des carbures précipités. Tanaka et al. [31] montrent que la présence de nitrures de chrome, dans un acier à 25 % Cr - 28 % Ni - 2 % Mo, est uniquement intergranulaire à 0,30 % N, mais inter- et intragranulaire à 0,63 % N. D'autres types de nitrures ou carbonitrures peuvent se former en présence d'éléments carburigènes ou nitrurigènes tels Nb, Ti et V.



- Précipitation du carbure $M_{23}C_6$ en fonction de la durée de recuit isotherme à 650°C.

Courbe 0 : sans azote
Courbe 1 : 0,1 % N
Courbe 2 : 0,2 % N



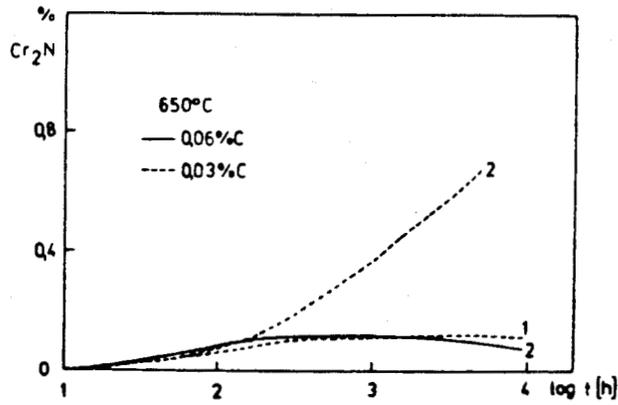
- Précipitation du carbure M_6C en fonction de la durée de recuit isotherme à 650°C.

Courbe 0 : sans azote
Courbe 1 : 0,1 % N
Courbe 2 : 0,2 % N



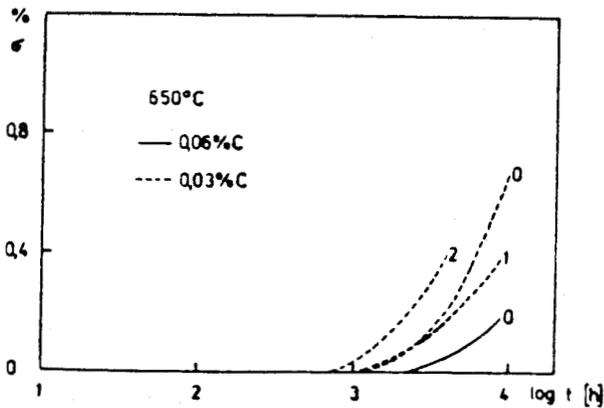
Figure I.1.10.a
Précipitation de carbures

Figure I.1.10
Précipitation à 650°C des aciers 316 L différemment
alliés à l'azote, d'après [28]



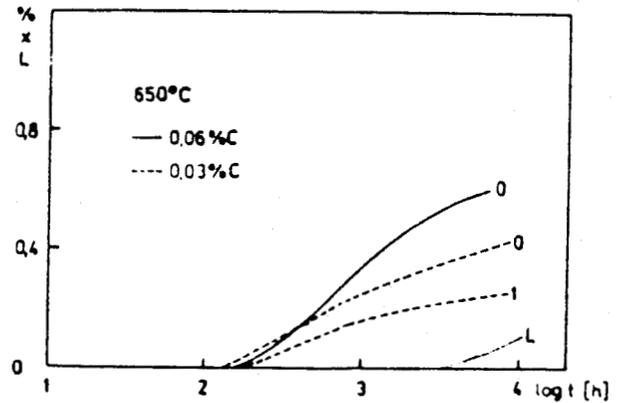
Précipitation du nitrure de chrome Cr₂N en fonction de la durée de recuit isotherme à 650°C

Courbe 1 : 0,1 % N
Courbe 2 : 0,2 % N



Précipitation de la phase σ en fonction de la durée de recuit isotherme à 650°C.

Courbe 0 : sans azote
Courbe 1 : 0,1 % N
Courbe 2 : 0,2 % N



Précipitation des phases χ et de Laves en fonction de la durée de recuit isotherme à 650°C.

Courbe 0 : sans azote
Courbe 1 : 0,1 % N
Courbe L : phase de Laves dans l'échantillon contenant 0,03 % C et sans azote



Figure I.1.10.b
Précipitation de nitrures et de phases intermétalliques

Le Bore, en réduisant la solubilité du Carbone dans l'austénite, affine, répartit plus uniformément et stabilise la précipitation intragranulaire, réduisant ainsi celle qui se produit aux joints de grains.

La présence simultanée d'Azote et de Bore favorise la précipitation de nitrures, carbonitrures, borures, carboborures et nitroborures. M. Ceccarelli et al. [32] ont tenté d'optimiser les compositions en Azote et en Bore d'un acier 316 L pour une meilleure stabilité de structure; ils ont abouti à un acier 316 LB de teneurs 10 à 25 ppm en Bore et 600 à 800 ppm en Azote.

Le Nickel, le Manganèse et le Cobalt [24] favorisent la précipitation de carbures en augmentant l'activité et la diffusion du Carbone dans l'austénite.

Le Molybdène [24] réduit la solubilité du Carbone dans la matrice, accélérant ainsi la formation de carbures $M_{23}C_6$ intragranulaires fins, et retardant leur coalescence. Il favorise d'autre part la formation des phases σ et η , et les stabilise.

Le Phosphore [24] accélère et affine également la précipitation intragranulaire de $M_{23}C_6$.

Le Titane et le Niobium retardent la nucléation et la croissance de carbures $M_{23}C_6$ par formation de carbonitrures finement dispersés dans la matrice [33], réduisant ainsi la teneur en Carbone de celle-ci. Mais le Niobium favorise la formation de phase σ [34] et le Titane accélère celle des phases σ et χ [35].

Enfin le Chrome et le Silicium favorisent la formation de phase σ , tandis que le Manganèse a peu d'effet sur celle-ci [24].

La formation de phase σ , fragilisante à froid, est favorisée par la présence de ferrite δ , donc par la présence d'éléments formateurs de ferrite, tels le Chrome, le Molybdène, le Titane et le Silicium.

I.1.2.3.d. Influence des traitements thermomécaniques

Le comportement de précipitation est aussi fortement influencé par le traitement thermomécanique infligé à l'acier.

Une plus haute température de mise en solution, par création de lacunes plus nombreuses, donc de sites de nucléation plus nombreux, accélère la précipitation des carbures $M_{23}C_6$, tant inter- que intragranulaire, et l'affine. Elle a par contre peu d'effet sur la formation des phases intermétalliques (Figure 8.b et d) [25], mais semble néanmoins inverser la séquence de précipitation $M_{23}C_6 - \sigma$. Pourtant une plus faible température de mise en solution peut être insuffisante pour dissoudre tous les carbures. De plus une diminution de la taille de grain semble augmenter la précipitation des carbures par multiplication des sites de nucléation et diminution des parcours de diffusion [26].

Un écrouissage préalable déplace les domaines de précipitation vers les plus faibles températures et les plus courts temps. La formation des phases $M_{23}C_6$ et σ est fortement accélérée, celle des phases η et χ l'est à un moindre degré [25,26]. Mais la précipitation sur les dislocations et les fautes d'empilement stabilise la sous-structure et retarde alors la recristallisation en empêchant le mouvement des joints de grains [26].

Par exemple sous l'effet d'un écrouissage préalable de 20 %, comparable à celui du fluage, les cinétiques de précipitation des aciers inoxydables austénitiques type 316 se trouvent logiquement accélérées et décalées vers les plus basses températures et les plus courts temps de maintien. La cinétique de précipitation des carbures $M_{23}C_6$ se trouve accrue d'un facteur 10 et celle des phases intermétalliques d'un facteur 3 [25,26].

D'autre part Briant [11] a montré que dans un acier 304 (Z6CN18-12), la déformation à température ambiante induit de la martensite. La cinétique de précipitation des carbures $M_{23}C_6$ est alors accélérée et conduit à de la corrosion le long des joints austénite - martensite, mais cette corrosion peut être guérie par maintiens prolongés à haute température, le Chrome diffusant à nouveau vers les régions appauvries. En revanche dans l'acier 316 (Z6CND18-12), non susceptible de se transformer en martensite par déformation, la corrosion intergranulaire n'est pas restaurable par maintiens à haute température.

I.1.3. PROCÉDES DE DURCISSEMENT

Les aciers inoxydables austénitiques présentent malheureusement de faibles caractéristiques mécaniques; leurs limites d'élasticité et charges à rupture sont faibles (respectivement de l'ordre de 200-300 MPa et 500-650 MPa) mais leurs ductilités sont importantes (allongements à rupture de l'ordre de 40-60 %), ce qui favorise leur mise en forme. Néanmoins ces faibles caractéristiques peuvent être fortement accrues par divers procédés de durcissement. Il faut cependant souligner que les aciers austénitiques ne présentent pas de fragilisation à basse température, même à -200/-250°C [1].

I.1.3.1. Durcissement par solution solide

Le durcissement de l'austénite par solution solide est visible pour les différents éléments sur la figure I.1.11 [9]. Un durcissement considérable est obtenu dans les solutions solides interstitielles d'Azote, de Carbone ou de Bore, un durcissement plus modéré en présence d'éléments d'alliage substitutionnels.

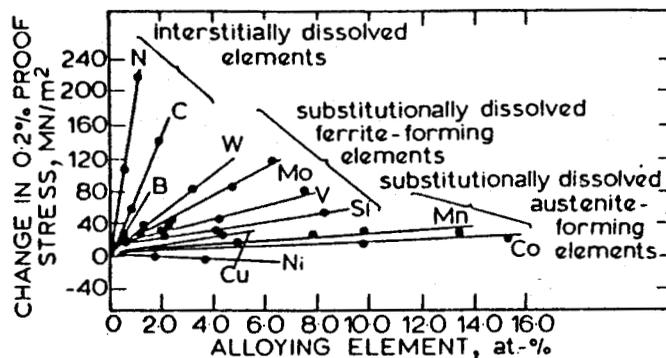


Figure I.1.11

Effet de durcissement par solution solide dans l'austénite, d'après [9]

L'effet des différents solutés (en % massique) sur la limite élastique et la charge à rupture des aciers inoxydables austénitiques est évalué par les formules proposées par Pickering [9] :

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

$$R_m \text{ (MPa)} = 15,4 \{ 29 + 35(C) + 55(N) + 2,4(Si) + 0,11(Ni) + 1,2(Mo) + 5,0(Nb) + 3,0(Ti) + 1,2(Al) + 0,14(\delta\text{-ferrite}) + 0,46 d^{-\frac{1}{2}} \}$$

où δ -ferrite est le taux de ferrite δ en %, d le diamètre moyen du grain et t l'espacement des mâcles, exprimés en millimètres.

Les interstitiels et à un plus faible degré les substitutionnels agissent comme durcissants de l'austénite par interactions élastiques avec les dislocations (effet de taille, effet tétragonal, effet de module), le mouvement

de celles-ci étant très sensible aux distorsions du réseau cristallin [37]. Leur rôle durcissant est d'autant plus intense que la température est basse, puisqu'une température croissante accélère la diffusion des solutés.

I.1.3.2. Durcissement par affinage du grain

Pour les aciers austénitiques comme pour les aciers ferritiques, le durcissement associé à l'affinement de la taille de grain s'exprime par la relation de Hall-Petch [38,39]

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}}$$

où d est le diamètre de grain, σ_y la limite élastique, σ_i la contrainte de friction opposée au mouvement des dislocations dans le grain considéré comme un monocristal et k_y une constante fonction du matériau. La valeur de k_y est environ deux fois plus faible pour les austénitiques que pour les ferritiques (respectivement de l'ordre de $20 \text{ N/mm}^{3/2}$ et $40 \text{ N/mm}^{3/2}$).

Ce mode de durcissement est par ailleurs le seul qui améliore également la ténacité de l'acier par abaissement de sa température de transition fragile-ductile, lorsqu'elle existe.

La théorie du durcissement par affinage du grain est actuellement fondée sur un "modèle d'écrouissage" où, à déformation donnée, la densité des dislocations ρ est inversement proportionnelle à la taille de grain d . La contrainte d'écoulement étant proportionnelle à $\sqrt{\rho}$, on obtient une relation du type Petch-Hall où la contrainte est proportionnelle à $d^{-\frac{1}{2}}$. Johnson et Feltner [40] suggèrent de plus que l'influence de la taille de grain sur la limite d'écoulement d'un acier est d'autant plus prononcée que le glissement dévié γ est difficile.

Il est à noter que les mécanismes de durcissement par solution solide et par affinement du grain ne sont pas indépendants. En effet, Norström [41] a montré, sur un acier 316 L (Z2CND17-12) que le coefficient k_y de la relation de Petch-Hall augmente avec la teneur en Azote interstitiel, c'est-à-dire qu'il existe une interaction bénéfique entre ces deux procédés de durcissement.

I.1.3.3. Durcissement par précipitation

La précipitation intragranulaire est un mode de durcissement important pour les aciers inoxydables austénitiques. Il s'agit de créer de fins précipités à base de C, N et B, répartis le plus uniformément possible dans la matrice, afin de servir d'obstacles durs au mouvement des dislocations. Kikuchi [42] montre qu'une addition de 0,30 % pds de Phosphore, dans un acier Fe - 25 % Cr - 28 % Ni - 2 % Mo à 0,45 % N, a pour effet d'augmenter, d'affiner et de disperser de manière homogène la précipitation intragranulaire de nitrures Cr_2N . Le même effet du Phosphore a été rapporté sur la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ et NbC, sans toutefois être clairement expliqué.

La précipitation matricielle serait accrue par un excès de lacunes de trempe. En effet, la densité de précipités intragranulaires diminue avec la température de mise en solution et avec la vitesse de refroidissement.

L'effet bénéfique d'une précipitation matricielle a précédemment été cité au paragraphe [I.1.2.3]. Il concernait l'optimisation, pour une bonne tenue en fluage, des teneurs en Azote et en Bore d'un acier 316 LB [32] et des teneurs en Titane, Niobium et Vanadium destinées à stabiliser un acier 304 vis-à-vis de la précipitation intergranulaire de carbures $M_{23}C_6$ [33].

I.1.3.4. Durcissement par écrouissage

Les aciers inoxydables austénitiques ayant un fort taux d'écrouissage, ce mode de durcissement est souvent utilisé. Il augmente fortement la contrainte d'écoulement du matériau, mais présente l'inconvénient de favoriser, lors de maintiens à hautes températures, la précipitation des carbures et des phases intermétalliques [voir §.I.2.3].

Le durcissement par écrouissage procède de l'accroissement de la densité de la forêt de dislocations formant obstacle aux dislocations mobiles. Ce durcissement résulte de la contrainte du réseau de Frank, provenant des interactions à longue distance (en $\frac{1}{r}$) entre dislocations, de la contrainte due aux interactions avec les arbres de la forêt, et de la contrainte nécessaire à la formation des crans permettant le glissement des dislocations à travers les arbres de la forêt [43].

I.1.4. RESISTANCE A LA CORROSION DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Les aciers inoxydables austénitiques ont une teneur en chrome (>12 % pds) suffisante pour protéger le métal de l'environnement agressif, en formant à sa surface une couche passive d'oxyde de chrome.

L'addition de Molybdène permet d'améliorer leur résistance à la corrosion dans de nombreux milieux agressifs [44], en particulier les acides non-oxydants (acides chlorhydrique, fluorhydrique, sulfurique et phosphorique). Le rôle essentiel du Molybdène est d'augmenter la stabilité de la couche passive. Dans les aciers AISI 316 (Z6CND18-12), le Molybdène (2 à 3 %) a pour effet de diminuer la sensibilité aux piqûres de corrosion des milieux chlorurés non-oxydants.

Ces aciers sont d'autre part très sensibles à la corrosion intergranulaire, par précipitation de carbures $M_{23}C_6$, essentiellement responsables de l'appauvrissement en Chrome des zones matricielles au voisinage des joints de grains; cette sensibilité est bien sûr réduite par diminution de la teneur en Carbone. Nous avons vu en I.1.2.3 quels effets les autres éléments d'alliage ont sur la précipitation des $M_{23}C_6$, et en particulier que l'Azote est un élément freinant considérablement leur précipitation intergranulaire.

Il est également possible de réduire la précipitation intergranulaire de carbures en stabilisant les aciers inoxydables austénitiques par addition d'éléments carburigènes (Titane, Niobium, Vanadium), susceptibles de précipiter finement sous forme de carbures ou carbonitrures dans la matrice.

Thorwaldson et Dunlop [33], sur des aciers Fe - 17 Cr - 12,5 Ni - 1,5 Mn - 0,5 Si fortement alliés soit à l'Azote (0,40 % pds) soit au Carbone (0,50 % pds) ont cherché à optimiser l'addition de Ti - Nb et V vis-à-vis de la stabilité de la dispersion des carbures ou nitrures MX par rapport à leur coalescence et à la formation de $M_{23}C_6$ lors d'un vieillissement à 750°C. Dans les aciers à fort Azote, seuls sont rencontrés les précipités MX, qui par ailleurs croissent et coalescent beaucoup plus rapidement dans les aciers à fort Carbone. La cinétique de coalescence des MX dans les aciers au Carbone est en effet fortement ralentie par leur interaction avec les carbures $M_{23}C_6$. La stabilité des différents composés interstitiels par rapport à la formation des $M_{23}C_6$ est la meilleure pour NbC, assez bonne pour (Ti-Nb)C et (V,Nb)(N,C), mais mauvaise pour TiC et (V,Ti)C. Ceci est attribué à une forte diffusion du Carbone le long des dislocations, puisque les précipités les moins stables se forment essentiellement sur les dislocations, et que leur disparition s'accompagne de l'apparition des carbures $M_{23}C_6$.

Malheureusement une telle stabilisation peut rendre ces aciers plus susceptibles à la fragilisation par l'hydrogène.

Les aciers inoxydables austénitiques se révèlent en général peu sensibles, à température ambiante, aux milieux hydrogénés; en effet, le faible coefficient de diffusion de l'hydrogène dans l'austénite (10^{-15} à 10^{-16} m^2s^{-1}), la faible sensibilité de cette structure à l'effet d'entaille, sa faible limite élastique et sa forte ductilité sont des paramètres lui conférant une bonne résistance vis-à-vis de l'hydrogène.

Néanmoins les aciers inoxydables austénitiques pour lesquels la structure γ n'est pas suffisamment stable sont particulièrement sensibles à la fragilisation par l'hydrogène après déstabilisation de l'austénite ou durant une déformation plastique appliquée à faible vitesse [14,16, 46,47]. La présence de martensite α' précédée par une martensite hexagonale ϵ (favorisée par une basse énergie de faute d'empilement) entraîne une susceptibilité accrue de ces aciers à l'hydrogène [16]. Rozenak et Eliezer [45] montrent d'autre part que les aciers AISI 321 et 347, respectivement stabilisés au Titane et au Niobium, bien qu'ayant par ailleurs la même composition que le 316 (Z6CND18-12), sont plus sensibles à la fragilisation par l'hydrogène que le 316.

Par ailleurs les aciers inoxydables austénitiques présentent en général une forte sensibilité à la corrosion sous tension, particulièrement dans les milieux chlorurés à chaud [9]. Cette corrosion prend la forme d'une fissuration transgranulaire essentiellement fonction de la teneur en Nickel (figure I.1.12), la moindre résistance étant obtenue pour 8 % pds de Nickel. Cette sensibilité n'existe pas dans les aciers inoxydables ferritiques, ce qui explique qu'une très fine dispersion de ferrite dans la matrice améliore la résistance à la corrosion sous tension (aciers microduplex). La corrosion intergranulaire due à l'appauvris-

sement en Chrome de la matrice au voisinage des joints où les carbures $Cr_{23}C_6$ ont précipité, est également fortement accrue sous contrainte.

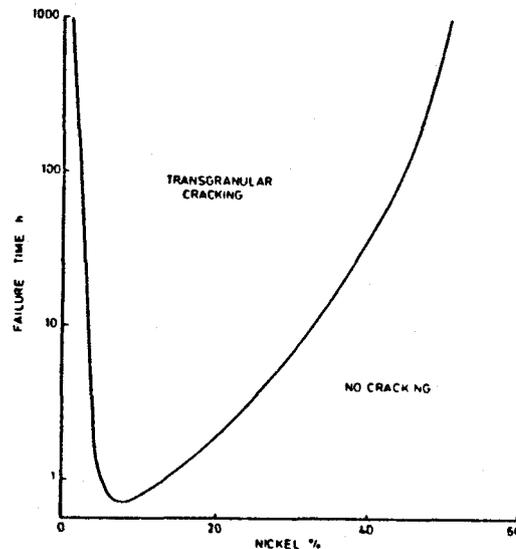


Figure I.1.12

Effet de la teneur en Nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'aciers austénitiques Fe-Cr-Ni dans une solution bouillante à 42 % $MgCl_2$ d'après [9]

I.1.5. CONCLUSION

Cette revue des propriétés métallurgiques essentielles des aciers inoxydables austénitiques nous permet de dégager le rôle que peut jouer la présence d'Azote.

L'Azote améliore la stabilité de l'austénite, par sa nature fortement gammagène, et par abaissement des températures de transformation de l'austénite en martensite. Il semble également ralentir la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ mais semble peu jouer sur celle des phases intermétalliques.

L'Azote interstitiel assure un durcissement considérable par solution solide. Et en présence de Nb, Ti, ou V, la précipitation de nitrures fins et dispersés dans la matrice assure un fort durcissement de précipitation.

I.2. CARACTERISTIQUES MECANIKES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIKES ALLIES A L'AZOTE

I.2.1. INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques ont des caractéristiques mécaniques (limite élastique et résistance à la rupture) relativement faibles (Tableaux I.1.1. et I.2.1.), mais qui peuvent être fortement accrues par un ou plusieurs des procédés de durcissement précédemment décrits (cf. I.1.3). Une amélioration des caractéristiques mécaniques de ces aciers résulte en particulier de l'addition d'Azote et les compositions des principales nuances correspondantes sont données dans le tableau I.2.2. pour les aciers normalisés AISI et dans le tableau I.2.3. pour les aciers normalisés AFNOR.

Nuance	Essai de traction				Essai de résilience KCU daJ/cm ² min.	Traitement thermique de référence Température °C
	R N/mm ²	R _{0,002} N/mm ² min	R _{0,01} N/mm ² min	A % min.		
Z 2 CN 18-10	470/670	185	225	45	12	Austénitisé 1 025-1 075 Refr ^{ne} eau
Z 6 CN 18-09	490/690	195	235	45	12	Austénitisé 1 025-1 075 Refr ^{ne} eau
Z 10 CN 18-09	490/690	215	255	45	10	Austénitisé 1 025-1 075 Refr ^{ne} eau
Z 12 CN 17-07	590/780	245	285	40	10	Austénitisé 1 025-1 075 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNT 18-10	500/700	205	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNNb 18-10	500/700	205	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 2 CND 17-12	480/680	195	235	45	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CND 17-11	500/700	205	245	45	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNDT 17-12	510/710	215	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNDNb 17-12	510/710	215	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 2 CND 17-13	480/680	195	235	45	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CND 17-12	500/700	205	245	45	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNDT 17-13	510/710	215	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 6 CNDNb 17-13	510/710	215	255	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau
Z 2 CND 19-15	490/690	205	245	40	12	Austénitisé 1 050-1 100 Refr ^{ne} eau

Tableau I.2.1.

Caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables
austénitiques (Norme AFNOR NF A 35-572)

Type	Nominal Composition (Z) ^a					
	Cr	Ni	Mn	C, max	N	Other
AISI 201	16-18	3.5-5.5	5.5-7.5	0.15	0.25, max.	
AISI 202	17-19	4-6	7.5-10	0.15	0.25, max.	
AISI 304N	18-20	8-10.5	2.0, max.	0.08	0.10-0.16	
AISI 304LN	18-20	8-20	8-12	2.0, max.	0.03	0.10-0.16
AISI 316N	16-18	10-14	2.0, max.	0.08	0.10-0.16	
AISI 316LN	16-18	10-14	2.0, max.	0.03	0.10-0.16	
ASTM XM-10 ^b	19-21.5	5.5-7.5	8-10	0.08	0.15-0.40	
ASTM XM-11 ^b	19-21.5	5.5-7.5	8-10	0.04	0.15-0.40	
ASTM XM-14 ^b	17-19	5-6	14-16	0.12	0.35-0.50	
ASTM XM-19 ^b	20.5-23.5	11.5-13.5	4-6	0.06	0.20-0.40	0.10-0.30 Cb
ASTM XM-29 ^b	17-19	2.25-3.75	11.5-14.5	0.08	0.20-0.40	0.10-0.30 V 1.5-3.0 Mo

a. For each grade: Si = 1.00, max.; P = 0.060, max.; S = 0.030, max.
 b. ASTM A412

Tableau I.2.2.
 Composition des aciers inoxydables austénitiques
 durcis à l'azote selon la norme AISI

Nuances	C % max.	Mn % max.	Si % max.	P % max.	S % max.	Cr %	Ni %	Mo %	N ₂ %
Z 2 CN 18.10 à l'azote ..	0,03	2,0	1,0	0,040	0,030	17,0-19,0	9,0-11,0	—	0,10-0,20
Z 2 CND 17.12 à l'azote ..	0,03	2,0	1,0	0,040	0,030	16,0-18,0	11,0-13,0	2,0-2,5	0,10-0,20
Z 2 CND 17.13 à l'azote ..	0,03	2,0	1,0	0,040	0,030	16,0-18,0	11,5-13,5	2,5-3,0	0,10-0,20



Tableau I.2.3.
 Composition des aciers inoxydables austénitiques
 durcis à l'azote selon la norme AFNOR
 A 35-582

L'azote interstitiel modifie certaines caractéristiques microscopiques responsables des propriétés mécaniques. En pourcentage poids, il entraîne une dilatation du réseau cubique à faces centrées de l'austénite beaucoup plus importante qu'un substitutionnel. Kikuchi et Tanaka [48], en accord avec d'autres auteurs, ont évalué une augmentation du paramètre de maille de l'austénite ($a \approx 3,590 \text{ \AA}$) de $0,030 \text{ \AA}/\%$ pds N et de $0,0055 \text{ \AA}/\%$ pds Mo sur des aciers 25 Cr - 28 Ni et 25 Cr - 28 Ni - 2 Mo. Il faut cependant souligner que, compte-tenu des différences de masse atomique entre l'Azote (14) et le Molybdène (96) l'introduction d'un atome de Molybdène parmi 100 atomes de Fer conduit à une dilatation de réseau supérieure à celle que produit l'introduction d'un atome d'Azote ($0,0092 \text{ \AA}$ et $0,0075 \text{ \AA}$ respectivement). Cette dilatation linéaire du réseau avec l'Azote est très voisine de celle provoquée par le Carbone interstitiel.

L'Azote et le Carbone interstitiels modifient d'autre part l'énergie de faute d'empilement, caractéristique influant fortement sur les modes de déformation plastique des métaux. L'énergie de faute d'empilement (EFE) représente l'accroissement d'énergie de la configuration des atomes composants un défaut d'empilement du cristal, ou encore l'énergie emmagasinée par ce défaut. Un défaut d'empilement résulte de la dissociation d'une dislocation parfaite en deux imparfaites qui borderont ce défaut. Si l'EFE est faible, cette dissociation est aisée et une dislocation parfaite arrivant sur un obstacle a tendance à se dissocier dans le plan de glissement et à emprunter des parcours plans. Si cette énergie est forte, la dissociation est difficile et une dislocation parfaite, en présence d'obstacle, se déplacera par glissement dévié.

Le Carbone interstitiel augmenterait l'énergie de faute d'empilement des aciers inoxydables austénitiques. Mais si Schramm et Reed [22] lui attribuent une forte influence exprimée par :

$$\text{EFE (mJ/m}^2\text{)} = 4 + 18(\% \text{ Ni}) - 0,2(\% \text{ Cr}) + 410 (\% \text{ C})$$

pour des aciers de composition $0,003 - 0,006 \% \text{ N}$

$$10 < \% \text{ Cr} < 30$$

$$10 < \% \text{ Ni} < 20$$

où les % sont des pourcentages poids, Brofman et Ansel [21] contredisent cette relation et proposent une contribution du carbone beaucoup plus faible mais toujours positive :

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

En revanche l'abaissement de l'énergie de faute d'empilement dû à l'Azote interstitiel est couramment admis. Par régression linéaire à quatre dimensions, sur des aciers à faibles teneurs en Azote ($< 0,12 \%$) Schramm et Reed proposent la relation [22] :

$$\text{EFE (mJ/m}^2\text{)} = 34 + 1,4(\% \text{ Ni}) - 1,1(\% \text{ Cr}) - 77(\% \text{ N})$$

pour des aciers de composition en poids $0,010 < \% \text{ C} < 0,150$

$$10 < \% \text{ Cr} < 20$$

$$10 < \% \text{ Ni} < 20$$

Par des mesures de l'EFE sur une série d'alliages Fe - 21 Cr - 6 Ni - 9 Mn, de teneurs en Azote comprises entre 0,21 et 0,52 %, Stoltz et Vander Sande [20] obtiennent une diminution rapide de l'EFE avec la teneur en Azote jusqu'à 0,27 % N; une stabilisation se manifeste au-delà (figure I.2.1.)

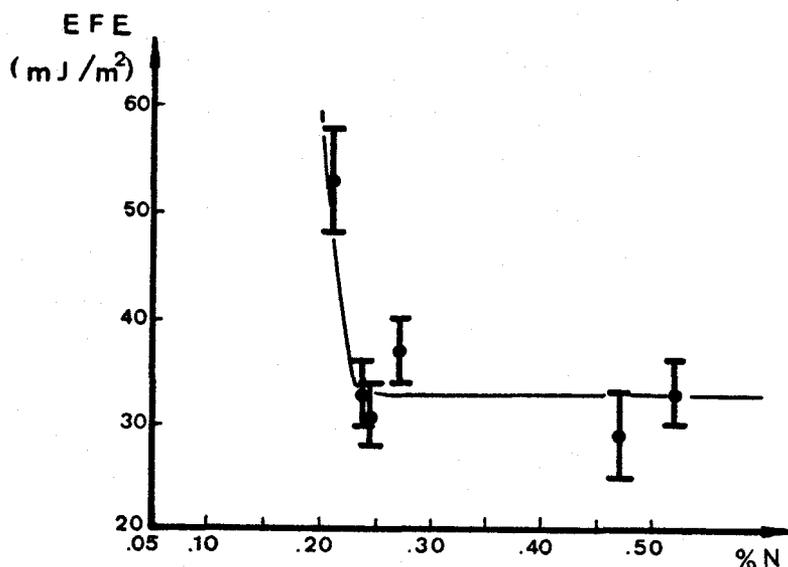


Figure I.2.1. [48]
Variation de l'énergie de faute d'empilement d'aciers
inoxydables austénitiques Fe-Cr-Ni-Mn en fonction
de leur teneur en Azote

De nombreux chercheurs s'accordent pour constater que l'accroissement de la teneur en Azote favorise un réseau plan de dislocations [49, 50]; un tel comportement est habituellement attribué à un abaissement de l'EFE dû à l'Azote [20, 49, 50], tandis que Thomas [51] et Odegard [52] suggèrent qu'à cause de son affinité pour le chrome, l'Azote est susceptible d'introduire un ordre à courte distance qui peut être responsable des réseaux plans de dislocations observés, tandis qu'il ne modifierait quasiment pas l'EFE.

Le mode de déformation plan promu par la présence d'Azote interstitiel influe sur les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques type 316. Nous nous proposons, à partir des données bibliographiques existantes, d'étudier successivement le comportement de ces aciers en traction monotone, résilience, fluage et fatigue, et de dégager l'influence de l'Azote.

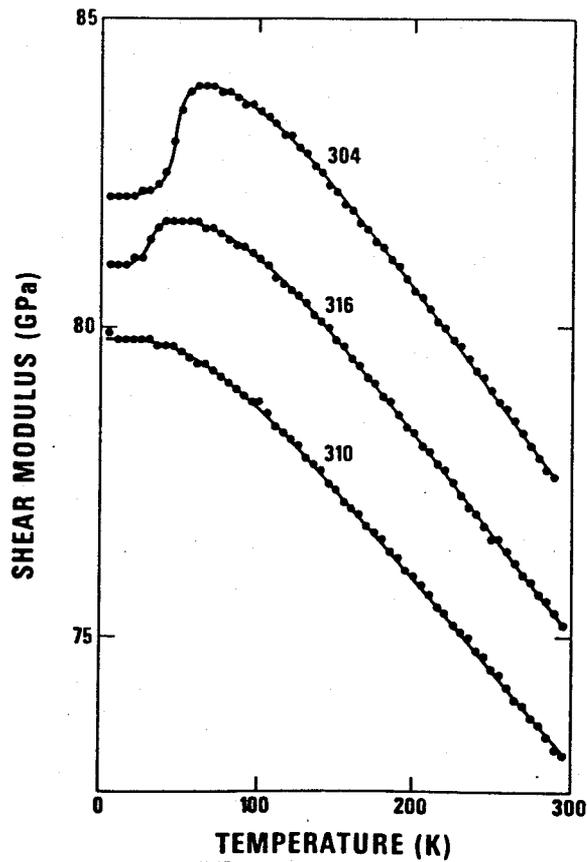
I.2.2. PROPRIETES EN TRACTION MONOTONE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES TYPE 316 L A L'AZOTE

Le comportement en traction monotone d'un matériau est fondamentalement gouverné par la structure, les éléments d'alliage, la taille et la texture des grains pour les polycristaux, et par les conditions d'essai, température et vitesse de déformation.

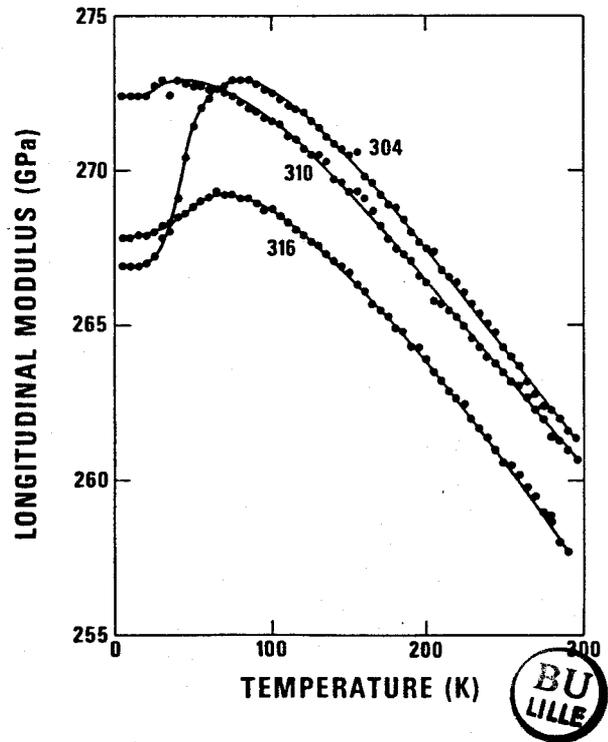
I.2.2.1. Effet de l'Azote sur les constantes élastiques des aciers inoxydables austénitiques

Ledbetter [53] a montré que les constantes élastiques de certains de ces aciers, classiquement décroissantes avec la température, présentent une anomalie à basse température, quand se produit la transition de phase paramagnétique - antiferromagnétique (figure I.2.2.). Si ces constantes sont les mêmes à température ambiante pour des aciers Fe - Cr - Ni - N et Fe - Cr - Ni - Mn - N, l'effet du Manganèse sur l'anomalie à basse température est important, tandis que celui de l'Azote ne semble pas décelable (figures I.2.3., [54]).

A notre connaissance, l'effet de l'Azote sur les constantes élastiques de ces aciers à des températures supérieures à l'ambiante n'a pas été analysé. Il est néanmoins admis que le module d'Young décroît quasi-linéairement avec la température, comme le prouvent entre autres les mesures de frottement intérieur dans l'austénite Fe-N [55].



a)



b)

Figure I.2.2.

Constantes élastiques de trois aciers inoxydables austénitiques AISI 304 (Z6CN18-12), 310(Z25CN25-20) et 316(Z6CND18-12) en fonction de la température

a - Module de cisaillement G

b - Module d'Young E (d'après [53])



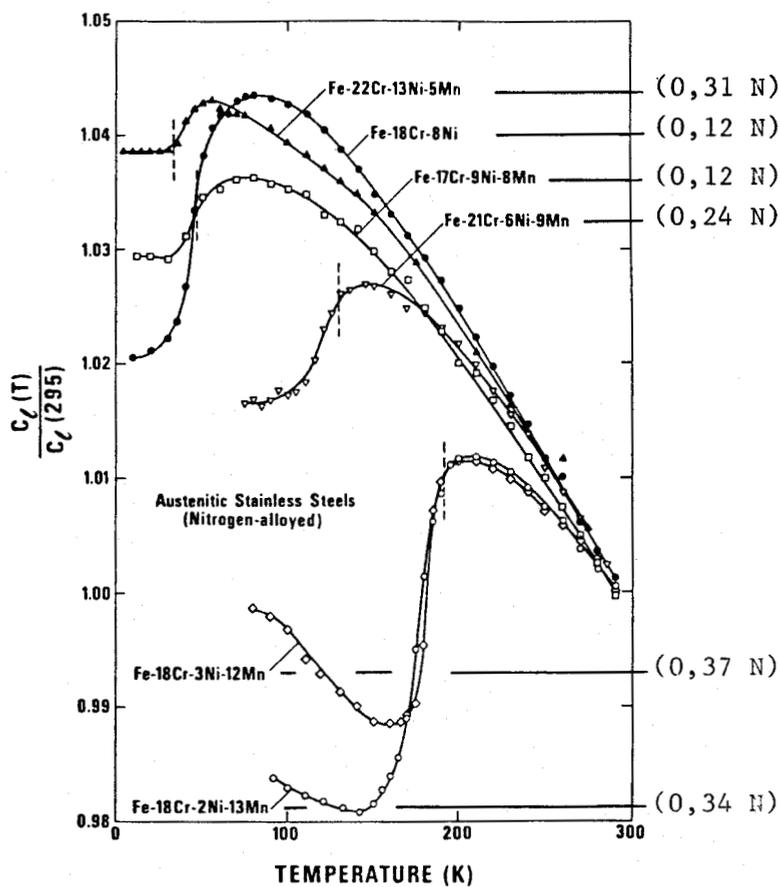
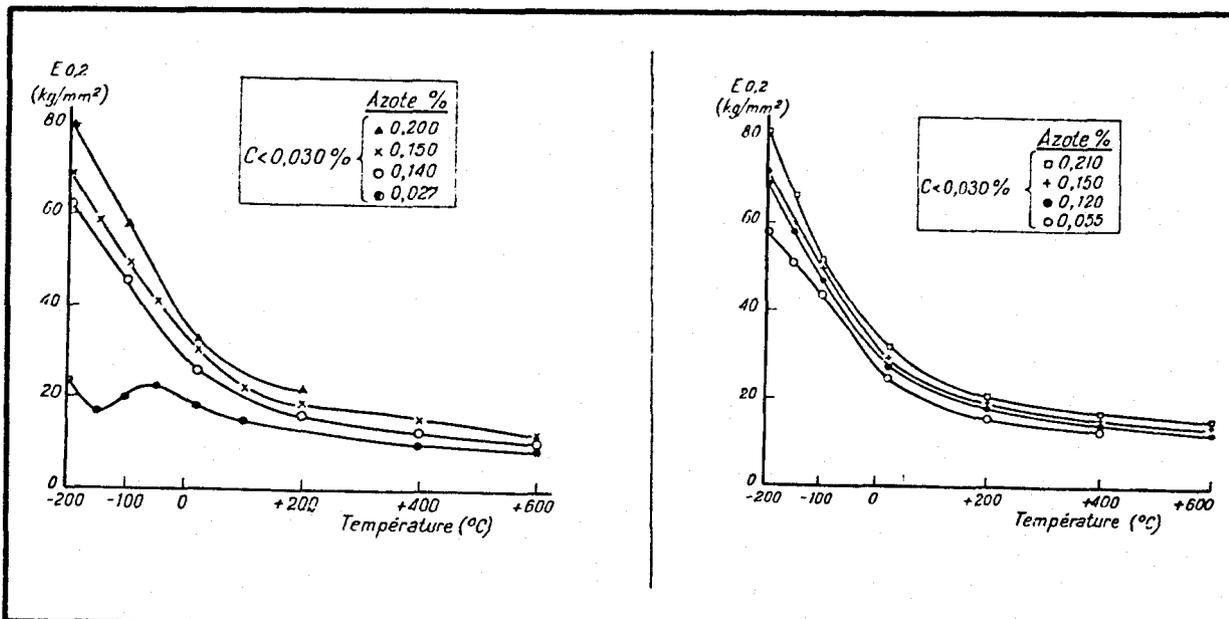


Figure I.2.3

Variation du module longitudinal de six aciers inoxydables austénitiques Fe-Cr-Ni-Mn alliés à l'Azote, en fonction de la température (d'après [54])

I.2.2.2. Effet de l'Azote et de la taille de grain sur la traction monotone de l'acier 316 L

Pour améliorer la limite élastique R_e , la contrainte d'écoulement σ_F et la résistance à la rupture R_M d'un acier inoxydable austénitique type 316 L, à température ambiante comme à basse ou haute température, tout en conservant sa bonne résistance à la corrosion, l'adjonction d'Azote interstitiel (figures I.2.4 et I.2.5) [56, 57, 58, 59] et l'affinage de la taille de grain (figure I.2.6) [41, 60] ont été utilisés (voir § I.1.2.2.).



a. Acier 18 Cr - 12 Ni Coulées industrielles de 1,5 à 25 t

b. Acier 17 Cr - 13 Ni - Mo. Coulées industrielles de 5 à 25 t.

Figure I.2.4

Variation de limites élastiques avec la température

a) aciers 304 L (Z2CN17-12) alliés à l'Azote

b) aciers 316 L (Z2CND17-12) alliés à l'Azote

(d'après [57])

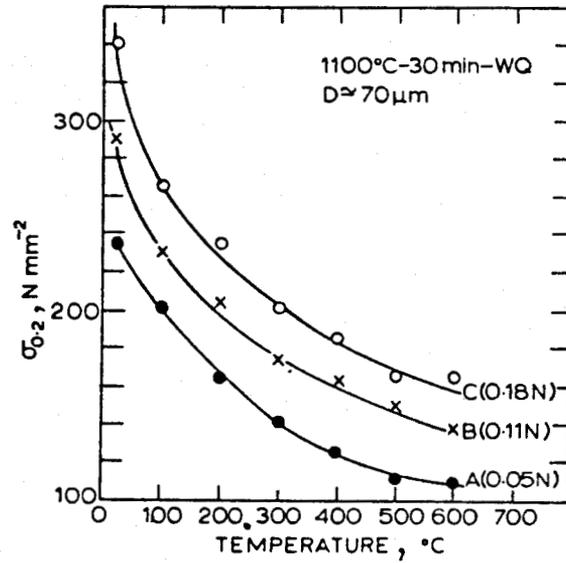


Figure I.2.5

Variation de limites élastiques avec la température, pour des aciers AISI 316 L (Z2CND17/12) différemment chargés en Azote (d'après [41])

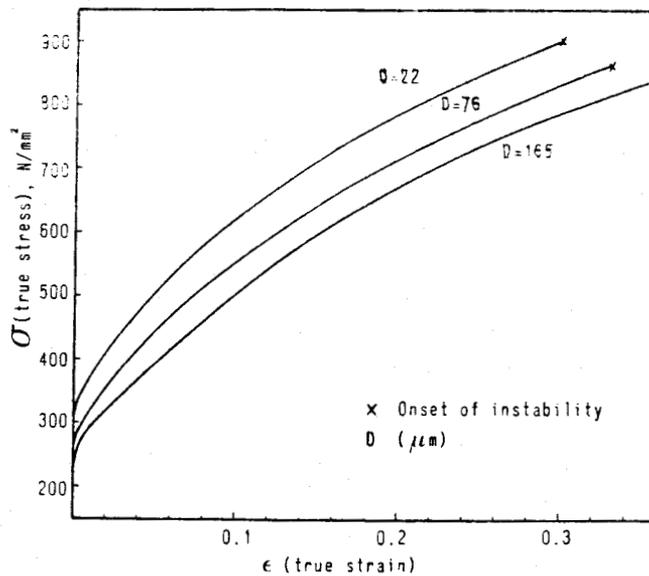


Figure I.2.6

Courbes contrainte - déformation vraies d'un acier 316 L (Z2 CND 17-12) pour diverses tailles de grains D (μm) (d'après [60])

A température ambiante, l'augmentation linéaire de la limite élastique à 0,2 % par durcissement par solution solide d'Azote a été chiffrée par Pickering [9] à environ 50 MPa/°/‰ pds d'Azote, c'est-à-dire 1,4 fois celle qui est obtenue par solution solide de Carbone. De plus cet effet important et quasiment linéaire de l'Azote persiste à forte température (figure I.2.7) et présente une composante thermique et une composante athermique [41].

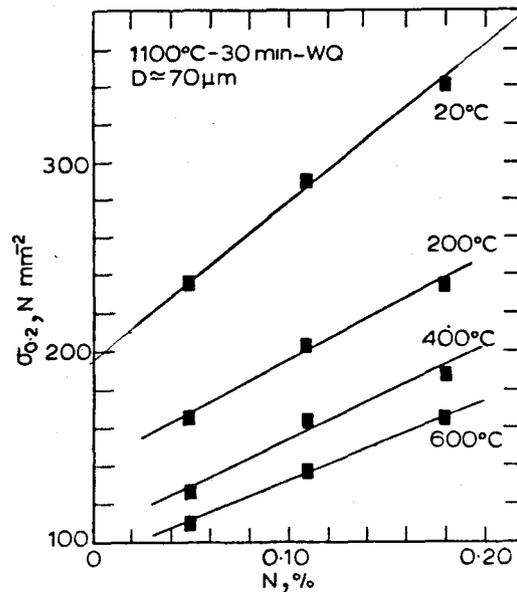


Figure I.2.7
Limites élastiques d'un acier 316 L (Z2CND17-12)
en fonction de sa teneur en Azote
(d'après [41])

Ces caractéristiques ne sont pas compatibles avec la théorie du durcissement par solution solide interstitielle qui prévoit un effet analogue pour les 2 éléments C et N, très proches voisins atomiques, fortement décroissant

avec la température et proportionnel à la racine carrée de la concentration en soluté C. Norström donne une interprétation cohérente de ce fort effet de l'Azote. Il étudie d'une part l'influence de la seule taille de grain sur la contrainte d'écoulement du 316 L [60] et d'autre part l'influence combinée de l'Azote et de la taille de grain sur la limite élastique $Re_{0,002}$ [41]. Il montre qu'à température ambiante, la limite élastique et la contrainte d'écoulement du 316 L augmentent lorsque décroît la taille de grain (en deçà d'une déformation vraie de 10 % nettement inférieure à l'apparition de la striction), suivant une loi de Petch-Hall, où le coefficient de Petch-Hall varie linéairement avec la racine carrée de la déformation plastique ϵ_p . Et dans le même acier contenant de l'Azote, il décompose la limite élastique à 0,2 % en quatre termes :

$$Re_{0,002} = \sigma_0 + \sigma_N^i + \sigma_N^D + \sigma_D^i$$

à savoir :

σ_0 la contrainte limite élastique du monocristal de base, sans Azote

σ_N^i la contribution due au durcissement par solution solide d'Azote dans un grain de dimensions infinies

σ_D^i la contribution due au durcissement par affinage du grain, en l'absence d'Azote

et σ_N^D la contribution de l'Azote allié à l'affinage du grain (contrainte d'interaction)

Il obtient une relation empirique valable dans le domaine de température 20-600°C :

$$Re_{0,002} = 15 + \frac{33\,000}{T} + 65 \left(\frac{1690-T}{T} \right) (\% N)^{\frac{1}{2}} + |7+78(\% N)| D^{-\frac{1}{2}}$$

où $Re_{0,002}$ s'exprime en MPa,
T est la température absolue en K
% N la teneur massique en Azote
D la taille de grain en mm.

On retrouve effectivement un durcissement thermique par solution solide (en $C^{\frac{1}{2}}$), un durcissement athermique par affinement du grain (en $D^{-\frac{1}{2}}$) et un durcissement athermique d'interaction (en $CxD^{-\frac{1}{2}}$).

Mais si la limite élastique R_e et la résistance à la rupture R_m du 316 L peuvent être fortement accrues, c'est en général au détriment de la ductilité. En effet un accroissement de la teneur en Azote réduit à la fois l'allongement à rupture et le coefficient de striction aux températures supérieures ou égales à l'ambiante [56, 57, 61, 62]. En revanche, à basse température Sanderson et Llewellyn ([63] cité par [64]) ont montré que si la présence de 0,20 % d'Azote accroît fortement la limite élastique d'un acier 304 (Z6CN18 - 12), il ne modifie quasiment pas la charge à rupture (le durcissement par solution solide d'Azote compense seulement l'absence de formation de martensite due à la présence d'Azote), mais améliore la ductilité aux températures inférieures à 220 K (figure I.2.8). En revanche, l'affinage de la taille de grain affecte peu l'allongement à rupture et quasiment pas le coefficient de striction [60].

I.2.2.3 Effet de la température et de la vitesse de déformation

Il est bien connu que limite élastique et résistance à la rupture diminuent quand la température augmente; les variations obtenues sur les aciers inoxydables austénitiques sont très fortes pour les températures inférieures à l'ambiante [57, 63, 64] (figure I.2.9 sans Azote, figures I.2.4 et I.2.10 en présence d'Azote), plus modérées au-dessus (figure I.2.4, en présence d'Azote).

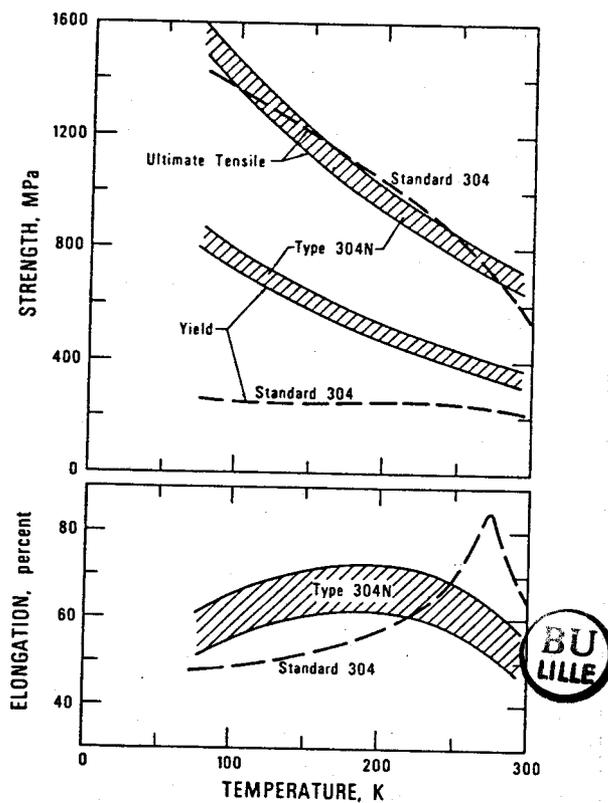


Figure I.2.8

Propriétés en traction de deux aciers inoxydables austénitiques
304 N (Z6CN18-12 avec 0,20 % N) et 304(Z6CN18-12)
en fonction de la température (d'après [63] cité par [64])

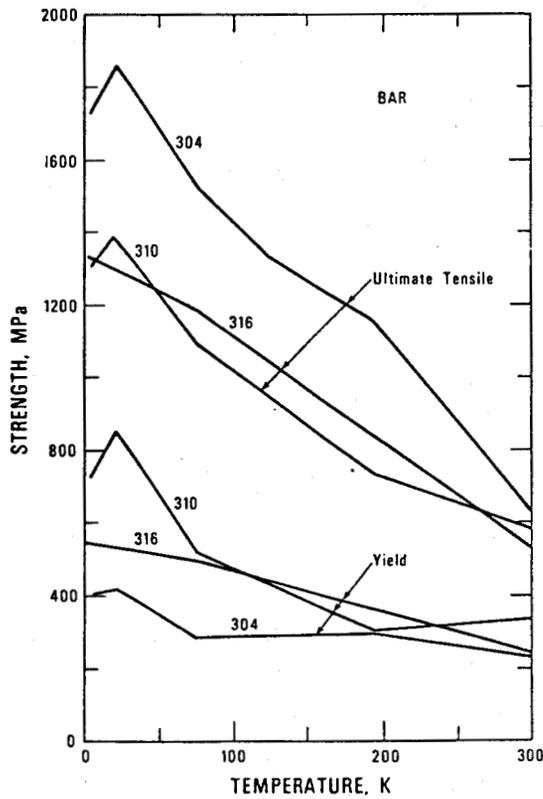
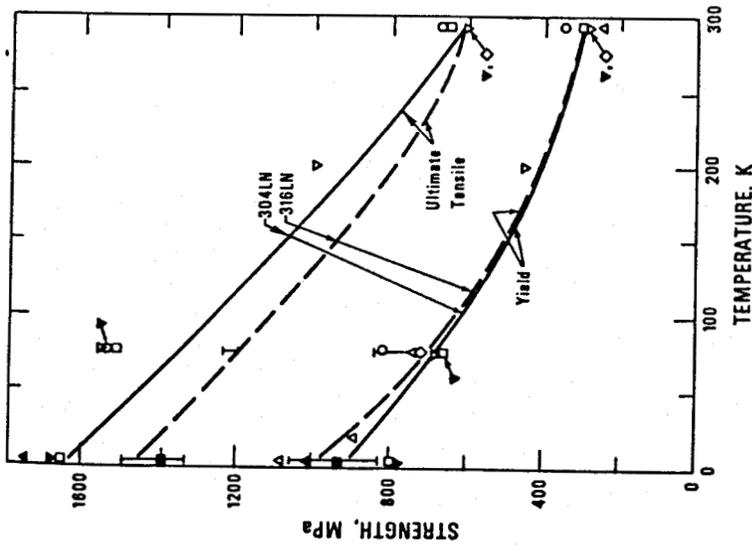


Figure I.2.9 (d'après [64])

Limites élastiques et résistances à la rupture de trois aciers
inoxydables austénitiques dépourvus d'Azote
AISI 304(Z6CN18-12), 310(Z25CN25-20)
et 316(Z6CND18-12) en fonction de la température



▽, ◻, ○ — 304N; △, ▼, ▲ — 304LN
 ◻, ◊, I — 316LN.

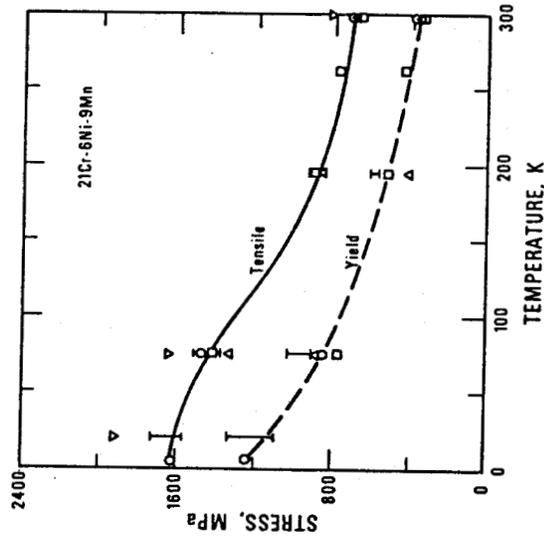


Figure I.2.10

Limites élastiques et résistances à la rupture d'aciers inoxydables austénitiques alliés à l'Azote, en fonction de la température

a) série 300

b) série 200



Sur la figure I.2.9, on remarque, en dessous de la température ambiante, l'effet de durcissement par solution solide interstitielle de Carbone qui se traduit par une limite élastique du 310 supérieure à celle du 316 et un durcissement par solution solide substitutionnelle de Molybdène, qui améliore la limite élastique du 316 par rapport à celle du 304. Entre 300 K et 4 K, la charge à rupture varie beaucoup plus fortement avec la température que la limite élastique, en raison de l'apparition de martensite induite par déformation plastique à basse température : ce phénomène explique les valeurs plus élevées de charge à rupture observées dans le 304 par rapport au 316, rendu plus stable par la présence de Molybdène (cf. § I.1.2.2).

Le fort effet de la température est en partie attribuable aux modes de durcissement impliquant des phénomènes activés thermiquement (diffusion du soluté dans les solutions solides, mouvements de dislocations activés thermiquement pour les aciers écrouis).

L'effet de la vitesse de déformation est faible dans les métaux cubiques à faces centrées [65]. Pour les aciers 304 L (Z2CN17-12) et 316 L (Z2CND17-12) Albertini et Montagnani [66] montrent que, à basses et hautes températures ($T < 500^{\circ}\text{C}$ et $750 < T < 900^{\circ}\text{C}$ respectivement) le durcissement par écrouissage et la résistance à la traction augmentent légèrement avec la vitesse de déformation, tandis que la ductilité diminue. Ceci reste vrai pour des essais dynamiques ($\dot{\epsilon} = 600 \text{ s}^{-1}$). Pourtant à 550°C , ces mêmes aciers sont insensibles à $\dot{\epsilon}$.

Dans les solutions solides interstitielles ou substitutionnelles, une instabilité dynamique apparaît dans un certain domaine Température - Vitesse de déformation fonction du matériau, instabilité appelée "Phénomène Portevin - Le Châtelier". Ce phénomène se manifeste par l'apparition de hachures sur la courbe de traction monotone. En effet, aux faibles vitesses ($v \approx 10^{-2}$ à 10 \AA/s) les dislocations

traînent leurs atmosphères de solutés (nuages de Cottrell) qui leur appliquent une force de freinage ("drag stress"). Aux fortes vitesses ($v \approx 1 \mu$ à 1 m/s) les impuretés paraissent immobiles par rapport aux dislocations; elles leur opposent une force de frottement de réseau ("friction stress"). Entre ces deux cas extrêmes, il existe un domaine de températures et de vitesses de déformation (donc de vitesses de déplacement des dislocations) où apparaît une instabilité; les dislocations ne peuvent alors présenter une vitesse stable. Elles oscillent entre le trainage des solutés et le frottement de réseau en échappant périodiquement aux atmosphères de Cottrell (figure I.2.11) [67]. Les alliages Fe-Ni-Cr-C présentent ce phénomène entre 300 et 700°C environ, pour des vitesses $\dot{\epsilon}$ de l'ordre de 10^{-3} - 10^{-4} s^{-1} (figure I.2.12).

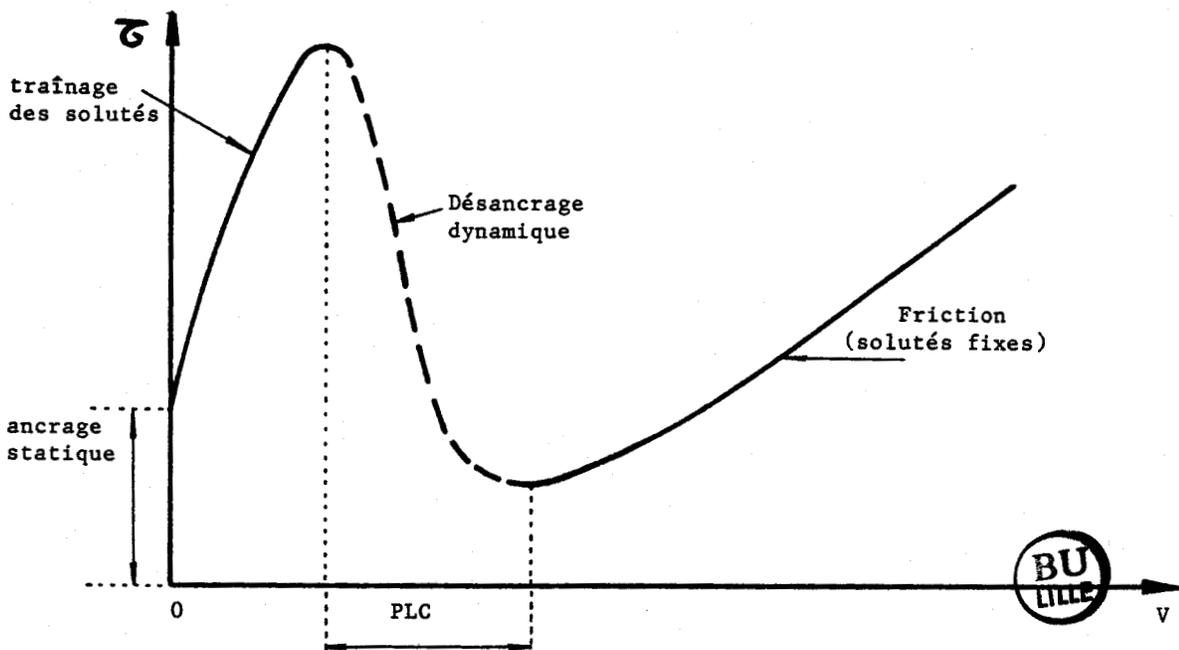


Figure I.2.11 (d'après [67])

Diagramme contrainte-vitesse ressenti par une dislocation dans un réseau contenant des atomes de soluté.

Schéma résumant tous les types d'interaction possibles

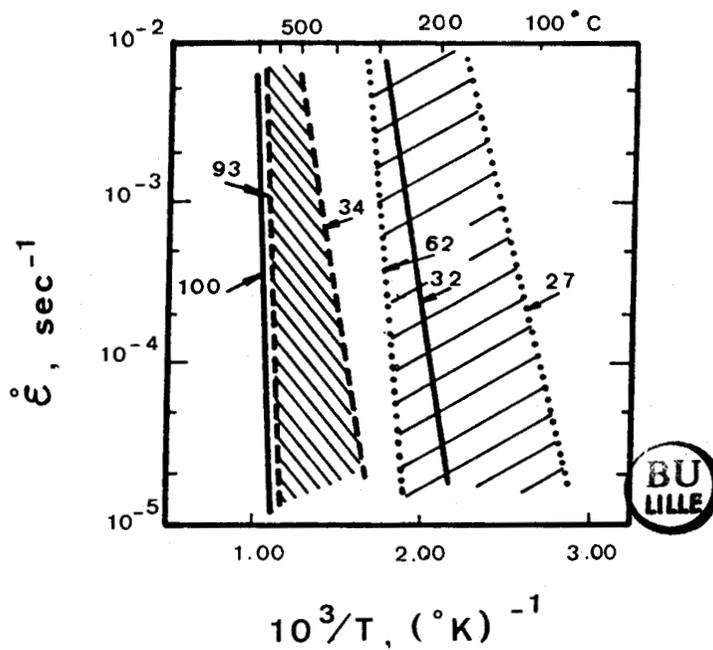


Figure I.2.12

Domaines d'existence du phénomène PLC et énergies d'activation en kcal/mole pour trois aciers austénitiques
—— Fe Ni Cr C - - - - Fe Ni Cr Fe Ni C
(d'après [67])

I.2.2.4 Effet d'un prétraitement thermomécanique

Outre les paramètres précédents, le traitement thermomécanique initialement appliqué au matériau influence également sur les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques.

Un écrouissage préalable permet un fort accroissement de la limite élastique, moindre de la charge à rupture, mais une sévère réduction de la ductilité. Il faut néanmoins signaler que Christian et al. [68] cité par [64] ont montré que le laminage à température ambiante d'un acier type AISI 310 réduit beaucoup moins sa ductilité à basse température (20 K) qu'à température ambiante (figure I.2.13). Cette ductilité accrue aux températures cryogéniques est caractéristique des aciers inoxydables austénitiques et est à l'origine de leur formage à froid nommé "Cryoformage" [64].

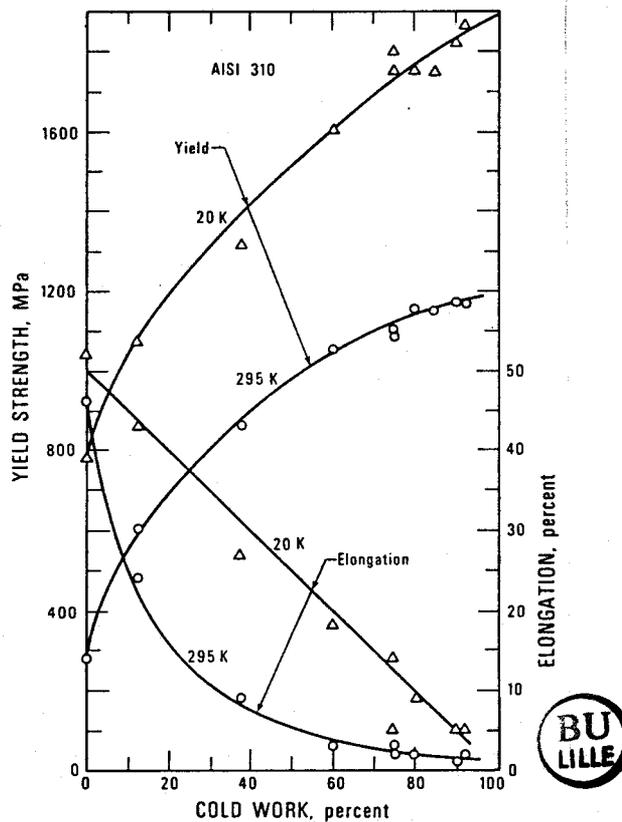
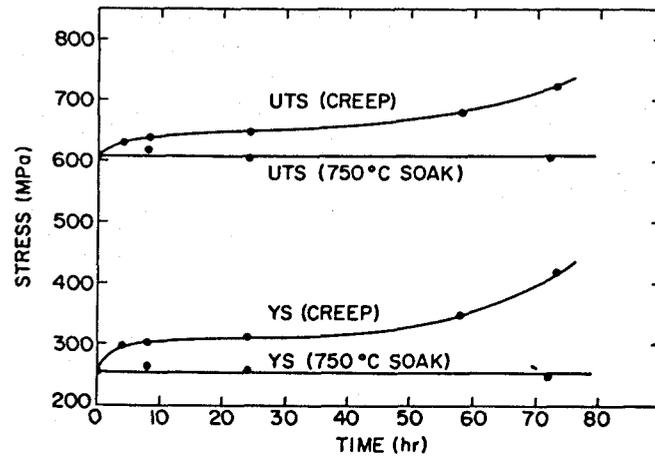


Figure I.2.13

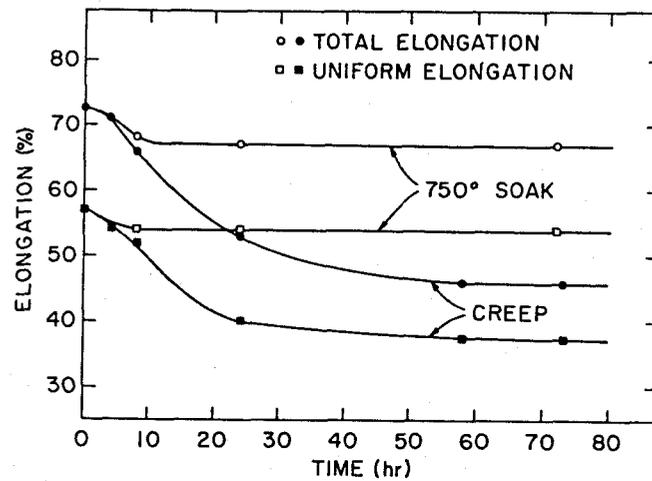
Limites élastiques et allongements à rupture d'un acier AISI 310 (Z25CN25-20) à 295 K et 20 K en fonction du taux de laminage (d'après [68] cité par [64])

La présence de précipités intergranulaires et intragranulaires modifie également les caractéristiques de traction monotone. Gan [69] étudie l'influence d'un vieillissement statique à 750°C et celle d'un fluage à 750°C sur les caractéristiques de traction monotone à température ambiante d'un acier 316 (Z6CND17-12). L'état de précipitation consécutif au traitement préalable est d'une influence primordiale. Le matériau vieilli à 750°C montre une précipitation très dense de carbures $M_{23}C_6$ le long des joints de grains, dès 8 h de vieillissement, quasiment inchangée après 72 heures, et seulement quelques carbures intragranulaires. Le matériau flué à 750°C est le siège d'une précipitation intergranulaire quasiment identique au précédent, pour une même durée, mais d'une précipitation intragranulaire continue au cours du fluage. Après un certain temps de fluage, des cavités se créent aux joints de grains (au cours du fluage secondaire). Les carbures intergranulaires réduisent la ductilité en traction en permettant une rupture par séparation ou glissement des joints et en augmentant la vitesse d'érouissage; en revanche ils ont peu d'effet sur la limite élastique et sur la charge à rupture. Les cavités aux joints apparues en fluage accentuent l'effet néfaste des carbures intergranulaires. La précipitation intragranulaire et la sous-structure de dislocations créées par le fluage augmentent la limite élastique et la charge à rupture et réduisent encore la ductilité (figure I.2.14).

Néanmoins nous avons vu précédemment qu'une précipitation intergranulaire obtenue à plus basse température, donc plus fine et moins dense, permet au contraire de renforcer les joints et d'inhiber leur glissement, par ancrage sur les précipités.



a)



b)



Figure I.2.14

Caractéristiques mécaniques à température ambiante
d'un acier AISI 316 (Z6CND18-12) après
vieillissement (soak) ou fluage (creep) à 750°C

- a) Limite élastique à 0,2 % (YS) et charge à rupture (UTS)
- b) Allongement à rupture et allongement uniforme
(d'après [69])

I.2.3. TENACITE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQVES A L'AZOTE

Les aciers inoxydables austénitiques présentent une excellente ténacité qui reste très bonne aux températures cryogéniques. Comme tous les métaux cubiques à faces centrées, leurs courbes de résilience ne présentent pas de transition fragile-ductile et ils sont peu sensibles aux entailles, même à basse température. La ténacité des aciers AISI 310 et 316 à basse température est même supérieure à celle à température ambiante (figure I.2.15, [70] cité par [64]). En revanche, celle des aciers inoxydables austénitiques alliés au Manganèse et à l'Azote chute aux températures inférieures à l'ambiante, tout en restant acceptables, même à 4 K (figure I.2.16, [71] cité par [64]).

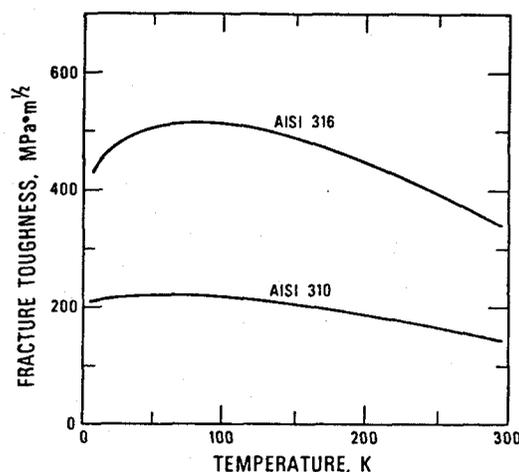


Figure I.2.15

Ténacité (K_{IC} mesuré par la méthode de l'intégrale J) de deux aciers AISI 310 (Z25CN25-20) et AISI 316 (Z6CND18-12) en fonction de la température ([70] cité par [64])

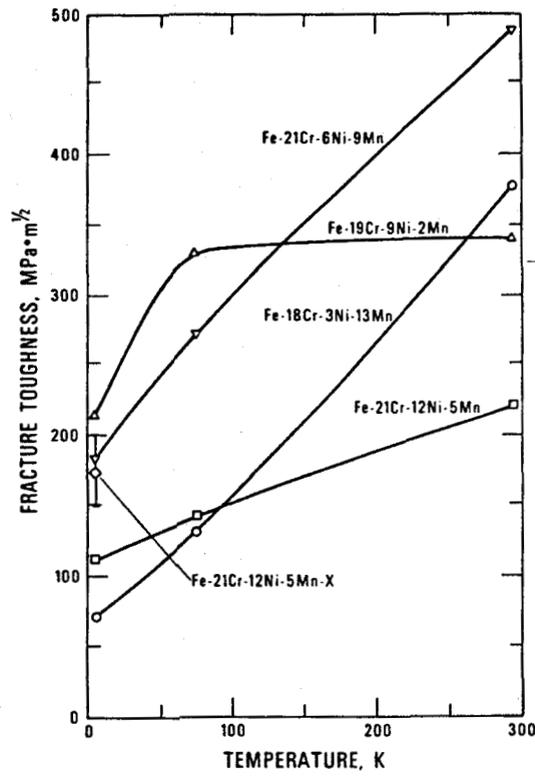


Figure I.2.16

Ténacités (K_{IC} mesuré par la méthode de l'intégrale J)
de cinq aciers Fe-Cr-Ni-Mn durcis à l'Azote
en fonction de la température
([71] cité par [64])

Aux températures supérieures ou égales à l'ambiante, l'essai de résilience est généralement utilisé pour caractériser l'évolution structurale d'un matériau après traitement thermomécanique. Par exemple l'effet d'un temps de maintien à haute température sur un acier 316 a fait l'objet de nombreuses caractérisations à l'aide d'essais de résilience. Entre autres, Norström [72] a étudié la résilience à température ambiante d'un acier 316 L (Z3CND17-12) à 0,07 % N après maintien de 5 à 3000 heures

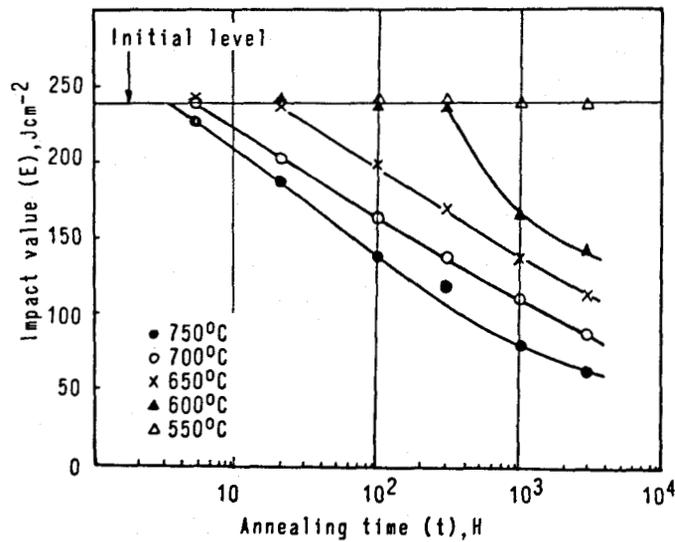


Figure I.2.17

Résilience (KCH) à température ambiante d'un acier AISI 316 L (Z2CND17-12) en fonction du vieillissement antérieur (d'après [72])

à 550-750°C (figure I.2.17) et Rabbe et al. [73] celle d'un acier de composition quasiment identique (316 L à 0,08 % N) après 100 à 30 000 heures à 550-750°C (figure I.2.18). Domis [74] a étudié des temps de maintien de 1000 à 10 000 H entre 400-650°C sur des aciers 304 N (Z6CN18-10) et 316 N (Z6CND18-10) contenant respectivement 0,18 et 0,20 % N (figure I.2.19). Enfin Lévêque et al. [75] ont étudié la résilience à température ambiante d'un acier 316 (Z6CND17-12) et du même acier stabilisé au Niobium, après vieillissement à 700°C (figure I.2.20).

Au vu de ces résultats, nous pouvons conclure que, à l'état hypereffort et à température ambiante, l'acier à 0,06 % C stabilisé au Niobium a la plus faible résilience (130 J/cm²); puis vient le même acier sans Niobium (195 J/cm²); les aciers à l'Azote (304N - 316N - 316L à 0,07/0,08 % N) ont en revanche la même valeur élevée

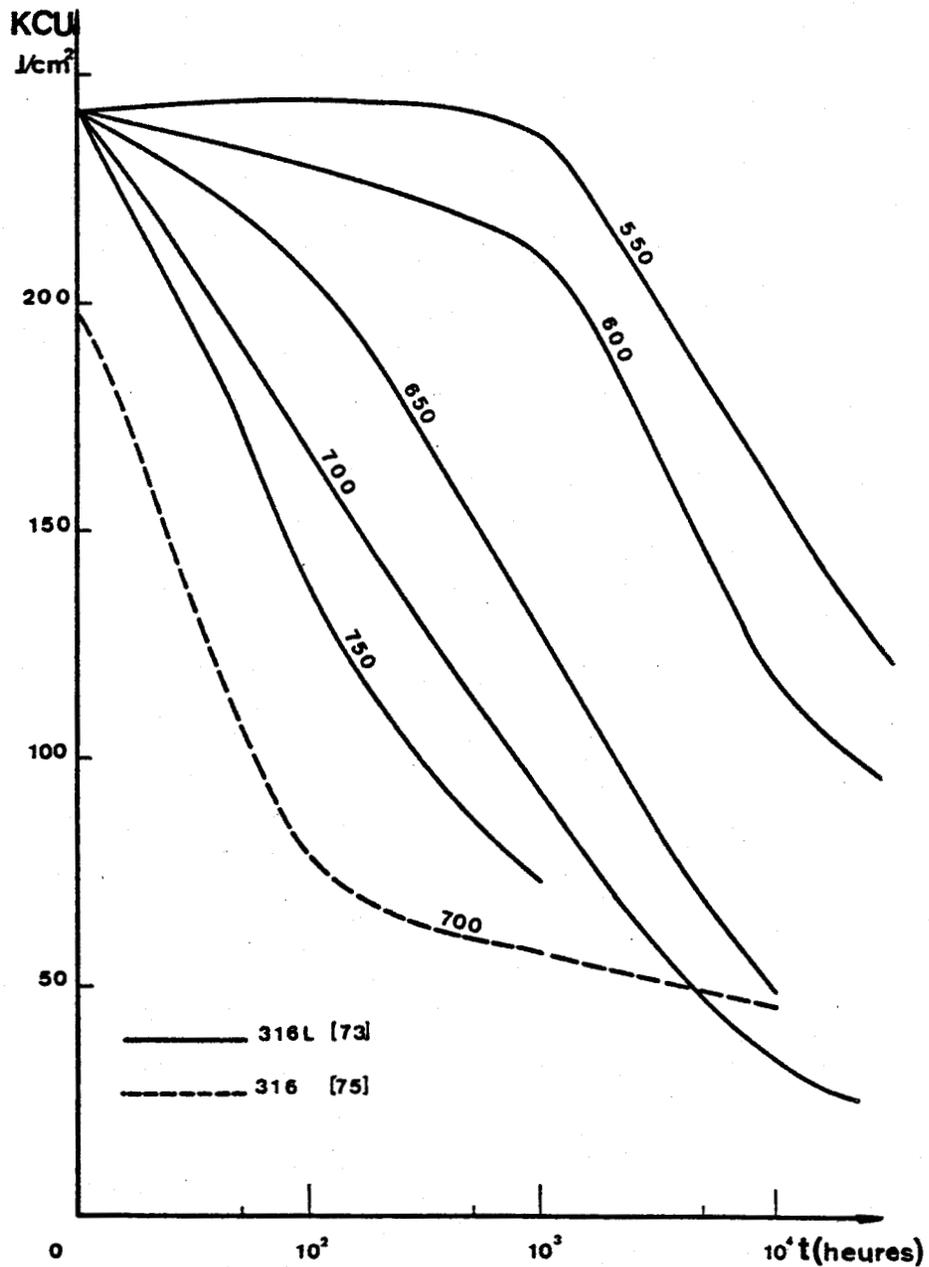


Figure I.2.18

Résilience (KCU) à température ambiante d'un acier AISI 316L (Z2CND17-12) contenant 0,08 % N,

et d'un acier 316(Z6 CND17-12) ne contenant pas d'Azote en fonction du vieillissement antérieur (d'après [73] et [75])

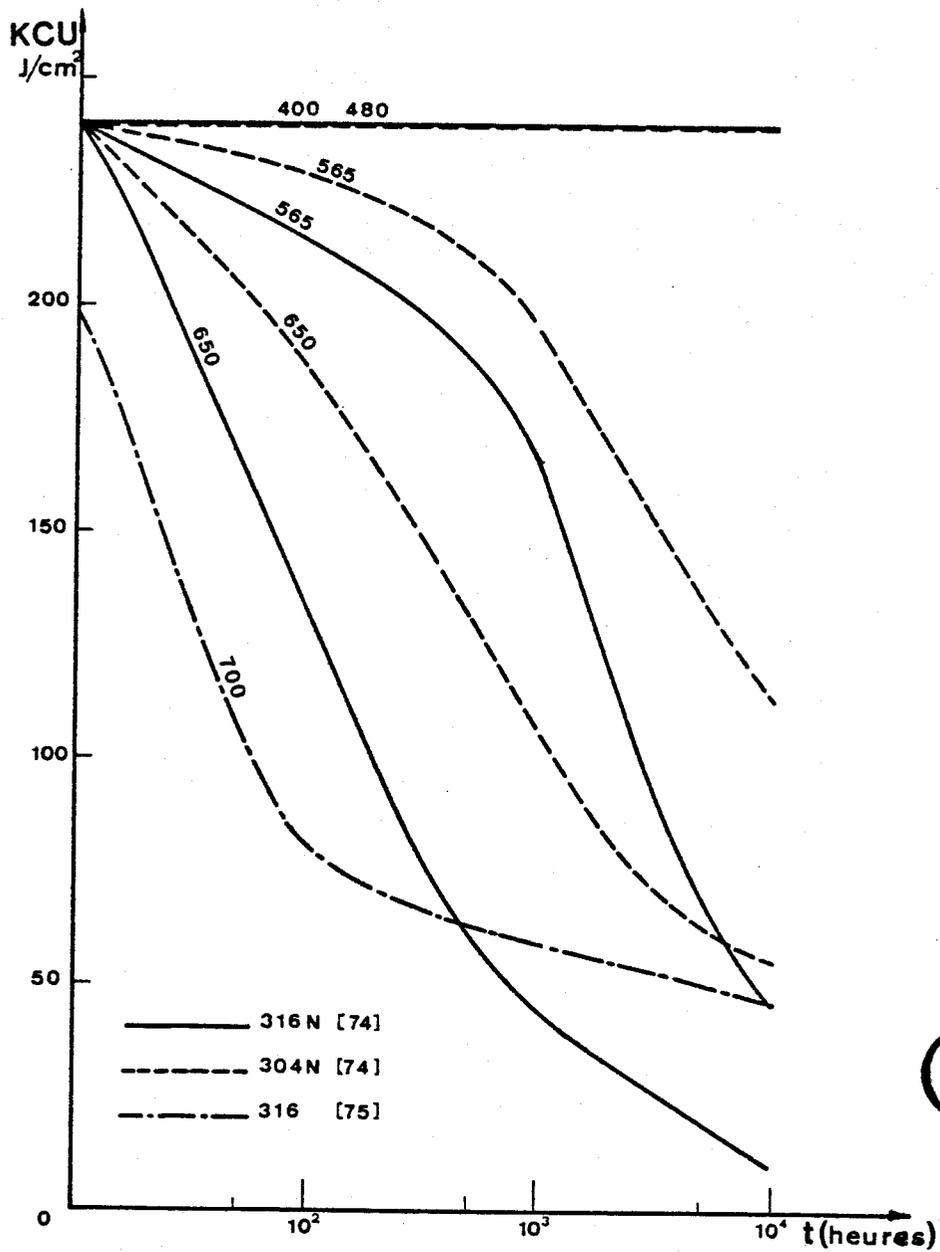


Figure I.2.19

Résilience (KCU) à température ambiante de deux aciers
inoxydables austénitiques alliés à l'Azote,
en fonction du vieillissement antérieur
AISI 316 N (Z6CND18-12 à 0,20 % N)
AISI 304 N (Z6CN18-12 à 0,18 %)
(d'après [74] et [75])



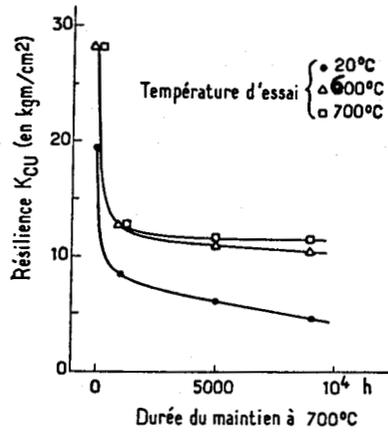


Figure I.2.20.a

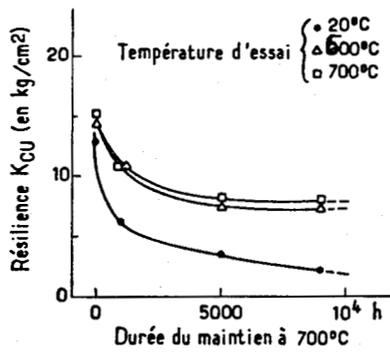


Figure I.2.20.b



Figure I.2.20

Résilience (K_{CU}) à température ambiante de deux aciers
inoxydables austénitiques en fonction
du vieillissement antérieur

a) acier AISI 316 (Z6CND17-12)

b) acier AISI 316 allié au Nb (Z6CND17-12 avec 0,63 % Nb)

(d'après [75])

d'énergie de rupture (240 J/cm^2). Pour tous ces aciers, des maintiens jusqu'à 10 000 heures aux températures inférieures à 500°C n'entraînent aucune chute de résilience. Pour les températures intermédiaires ($500^\circ\text{C} < T < 600^\circ\text{C}$) la chute de résilience est faible les premières heures et va en s'accéléralant. Au contraire aux plus fortes températures ($T > 650^\circ\text{C}$) la chute de résilience est très forte les premières heures, puis se ralentit. D'autre part l'Azote ne modifie pas l'énergie de résilience à l'état hypereempé, contrairement au Carbone qui la diminue. Mais après maintiens à haute température, la présence d'Azote accélère la précipitation (316N/316 vieillis à 700°C) et le niveau de résilience après 10 000 heures de maintien à 565 et 650°C est légèrement abaissé; le molybdène semble avoir le même effet (316N/304N) au moins en présence d'Azote. Ces résultats sont confirmés par les travaux de Wellner [76] qui montre que l'énergie de résilience d'un acier Z4CND18-11 allié à l'Azote reste élevée et légèrement croissante avec la teneur en Azote tant que la température de mise en solution est de l'ordre de 1100°C ou supérieure. Il justifie cela par la mise en solution totale des précipités. Mais l'énergie de résilience mesurée à température ambiante chute sitôt après un maintien de 1000 heures à 700°C , ce qu'il attribue à la précipitation de phase σ , fragilisante essentiellement en rupture à l'ambiante [72, 76, 77].

Ainsi il ne semble pas que la présence d'Azote dans les aciers inoxydables austénitiques soit particulièrement favorable à la résistance à la rupture par choc après maintiens de longue durée à haute température. A l'état hypereempé, il semble néanmoins que cette présence soit légèrement favorable. Ceci s'explique simplement par la forte précipitation de nitrures et de particules de phase σ aux joints de grains, durant un vieillissement au-delà de 600°C .

I.2.4 PROPRIETES DE FLUAGE DES ACIERS 316 - 316L ET INFLUENCE DE L'AZOTE

Les aciers inoxydables austénitiques type 316 sont très utilisés à haute température en particulier en raison de leur bonne résistance au fluage. Les caractéristiques nécessaires à une bonne tenue en fluage sont essentiellement un fort durcissement de la matrice pour ralentir la vitesse de fluage secondaire et une augmentation de la ductilité pour retarder la fissuration et la rupture en fluage tertiaire. Cependant les aciers type AISI 316 n'étant pas stables à haute température, leur fluage s'accompagne d'une précipitation progressive qui influence fortement les modes de déformation et d'endommagement incriminés. Il est par conséquent évident que la composition chimique, les traitements thermomécaniques subis et la température joueront un rôle important.

I.2.4.1. Aspects phénoménologiques

Morris et Harries ont étudié les aspects physiques et structuraux [78] du fluage d'un acier 316 (Z6CND17-12) à des températures $525^{\circ}\text{C} \leq T \leq 900^{\circ}\text{C}$ pour des temps à rupture $t_h \leq t_R \leq 10^4 \text{h}$. Les résultats qu'ils obtiennent sont représentés sur les figures I.2.21-a,b,c suivant la loi de fluage secondaire $\dot{\epsilon} = A \sigma^n e^{-Q/RT}$ avec une énergie d'activation Q de 480-500 kJ/mole au delà de 575°C . Ils montrent que la déformation due à la mise en charge préalable, par la densité de dislocations qu'elle crée (dislocations qui sont des sites de nucléation privilégiés), est d'importance primordiale pour la précipitation intragranulaire et par conséquent pour la distribution des dislocations et de leurs longueurs [79], qui régissent la vitesse de fluage secondaire. Le rôle des précipitations matricielle et intergranulaire est d'opposer des barrières supplémentaires au mouvement des dislocations et au glissement des joints de grains

Figure I.2.21.a

Vitesse de fluage en fonction de la contrainte appliquée à des températures $525^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$

n est l'exposant de la loi :

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$$

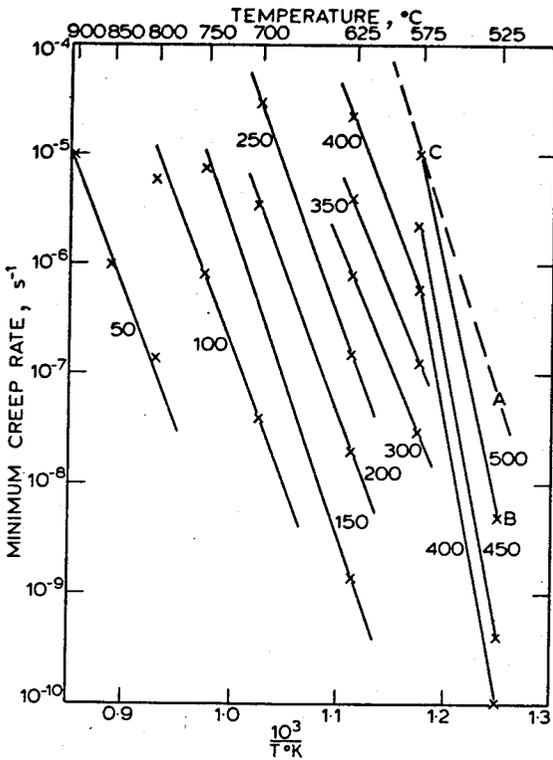
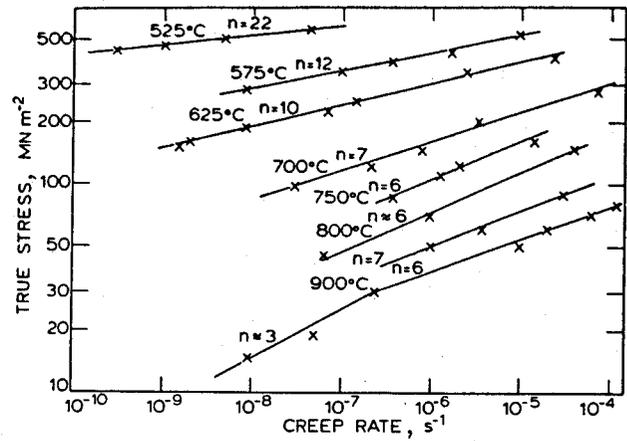


Figure I.2.21.c

Temps à rupture de l'acier 316 hyper-trempé en fonction de la contrainte appliquée, à des températures $525^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$

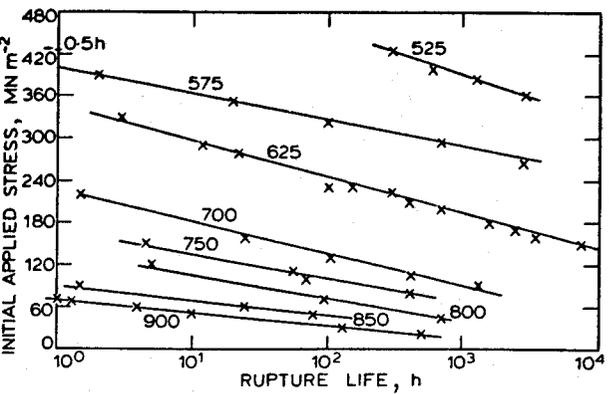


Figure I.2.21

(d'après 78)

Caractéristiques de fluage d'un acier 316 (Z6CND17-12)



et de restreindre le processus de restauration. En effet, la vitesse de fluage secondaire dépend de l'équilibre entre les processus simultanés d'écrouissage, de restauration et de glissement aux joints. En fait, les mécanismes de déformation incriminés en fluage primaire et secondaire sont fonction de la température et de la contrainte appliquée, qui influent à la fois sur la cinétique de précipitation et sur la cinétique de fluage. A basse température (525°C), avant que la précipitation n'ait lieu, la vitesse de fluage est contrôlée par les interactions dislocations - défauts ponctuels (interstitiels, substitutionnels, lacunes) et les interactions dislocations - dislocations. A très haute température (900°C) et sous faible contrainte, interviennent le glissement aux joints de grains et les mécanismes de diffusion. Aux températures intermédiaires ($525 < T < 900^{\circ}\text{C}$) et aux temps à rupture les plus longs à basse température, la déformation de fluage est contrôlée par l'arrachement des dislocations de leurs points d'ancrage et leur glissement et par la montée des crans sur les dislocations mobiles, processus activés thermiquement. C'est dans ce mode que l'influence de la précipitation intragranulaire est primordiale [79]. J.A. Mazza et G. Willoughby [80] montrent qu'en fluage à 600°C , l'acier 316 soumis à une contrainte suffisamment faible voit sa vitesse de fluage se réduire considérablement au bout d'un certain temps correspondant à une coalescence des carbures et un blocage complet des lignes de dislocations sur ces carbures. Il en ressort que la coalescence des particules intragranulaires peut être favorable à la résistance au fluage sous faible contrainte.

En revanche la ductilité au fluage dépend essentiellement de l'état de précipitation intergranulaire. En effet les précipités intergranulaires inhibent le glisse-

ment aux joints de grains et créent des sites de concentration de contraintes susceptibles de créer des décohésions. Il semble que nucléation et croissance des fissures de fluage dans le 316 soient affectées par les mêmes facteurs métallurgiques. Morris et Harries, toujours dans la même étude [78], montrent que la ductilité du 316 est essentiellement fonction de la densité des particules de carbures aux joints de grains et du rapport taille -espacement de ces particules. Leur nature et la structure de l'interface particule - matrice (cohérente ou incohérente) semblent de faible importance. Enfin le paramètre contrainte joue un rôle essentiel par les concentrations de contraintes qu'il crée autour des particules. En général, aux grandes ductilités correspondent des fissures peu nombreuses, courtes, et à faible rapport longueur sur largeur, tandis qu'aux faibles ductilités sont associées de nombreuses fissures longues et à fort rapport longueur sur largeur. La figure I.2.22 définit la ductilité à la rupture par fluage du 316 en fonction de la température et de la durée de vie. Les hautes ductilités sont obtenues sur les 316 à forte contrainte pour les températures moyennes et hautes ($600^{\circ}\text{C} < T < 900^{\circ}\text{C}$) et à faibles contraintes pour les basses températures ($500^{\circ}\text{C} < T < 600^{\circ}\text{C}$). Elles correspondent à une haute densité de carbures aux joints de grains. A fortes durées de vie, aux températures supérieures à 600°C , la ductilité est réduite par coalescence des particules intergranulaires et précipitation de phases intermétalliques. En particulier une forte réduction de ductilité est attribuée à la présence de phase σ aux joints de forte énergie. Par exemple, Lai et Wickens [81], dans l'étude du fluage jusqu'à 10^4 heures à $600-675^{\circ}\text{C}$ d'aciers 316 à diverses teneurs en Carbone montrent que ces aciers présentent des différences de ductilité à rupture; ils font l'hypothèse que la présence de phases σ plus ou moins cohérentes avec la matrice est la cause de cette plus ou moins grande ductilité. Pourtant Morris montre que la fragilisation au fluage du 316 [82]

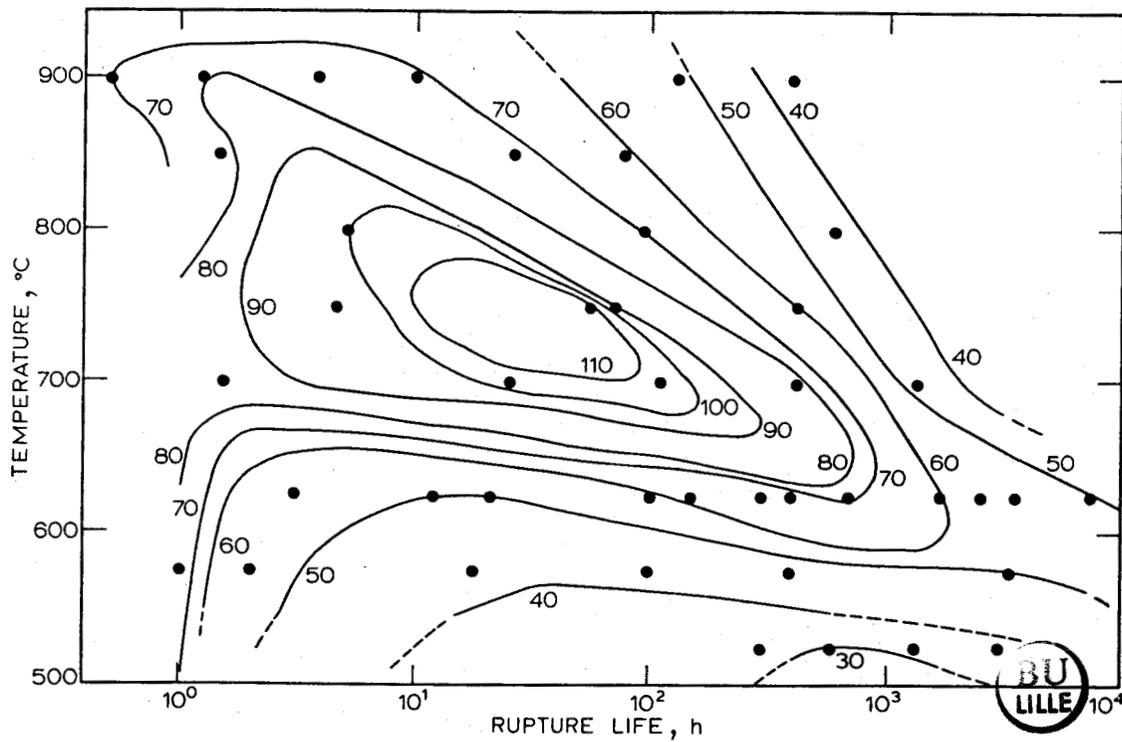


Figure I.2.22

Lignes d'équiductilité dans le diagramme temps à rupture -
température-ductilité d'un acier 316. Les ductilités
inscrites dans le diagramme sont exprimées en %
(d'après [78])

attribuée couramment à la phase σ est due en fait à la grande taille des particules, en général largement espacées, et non à leur nature intrinsèque. La coalescence des carbures $M_{23}C_6$ favorise de la même manière le glissement aisé aux joints de grains, les fortes concentrations de contraintes et par conséquent la faible ductilité à rupture.

Enfin Horsewell [83] souligne que les deux modes de durcissement, matriciel et aux joints de grains, agissant essentiellement l'un sur la vitesse de fluage secondaire, l'autre sur le glissement aux joints, ne sont pas indépendants. En effet, la précipitation matricielle aide les précipités intergranulaires à freiner le glissement aux joints, en permettant à ces particules de n'être ni des sources de dislocations ni des sites de nucléation de cavités.

I.2.4.2. Cartes de rupture par fluage

Ashby [84] a proposé de représenter les modes de rupture en fluage par des "Cartes de rupture" où sont définis à partir de résultats expérimentaux, les domaines contrainte - température où apparaît un même mode de rupture. Les modes de rupture pris en compte sont donnés sur la figure I.2.23, et les cartes sont définies soit dans un plan contrainte normée σ/E (E module d'Young) - temps à rupture, dans lequel sont d'autre part tracées les courbes isothermes (figure I.2.24.a pour un acier 316), soit dans un plan contrainte normée σ/E - température normée T/T_M (T_M température de fusion), dans lequel sont d'autre part tracées les courbes isochrones (figure I.2.24.b pour un acier 316).

Miller et Langdon [85] proposent une forme simplifiée de "Cartes de rupture" tracées dans un plan contrainte normée σ/E - inverse de la température normée T_M/T . La figure I.2.26 les définit pour l'acier 316 et précise l'effet de la taille de grain, analysé par ailleurs par Morris [86]. Les modes de rupture incriminés sont présentés sur la figure I.2.25.

Il faut signaler que le même type de cartes était établi préalablement, définissant les modes de déformation par fluage.

BROAD CLASSES OF FRACTURE MECHANISM

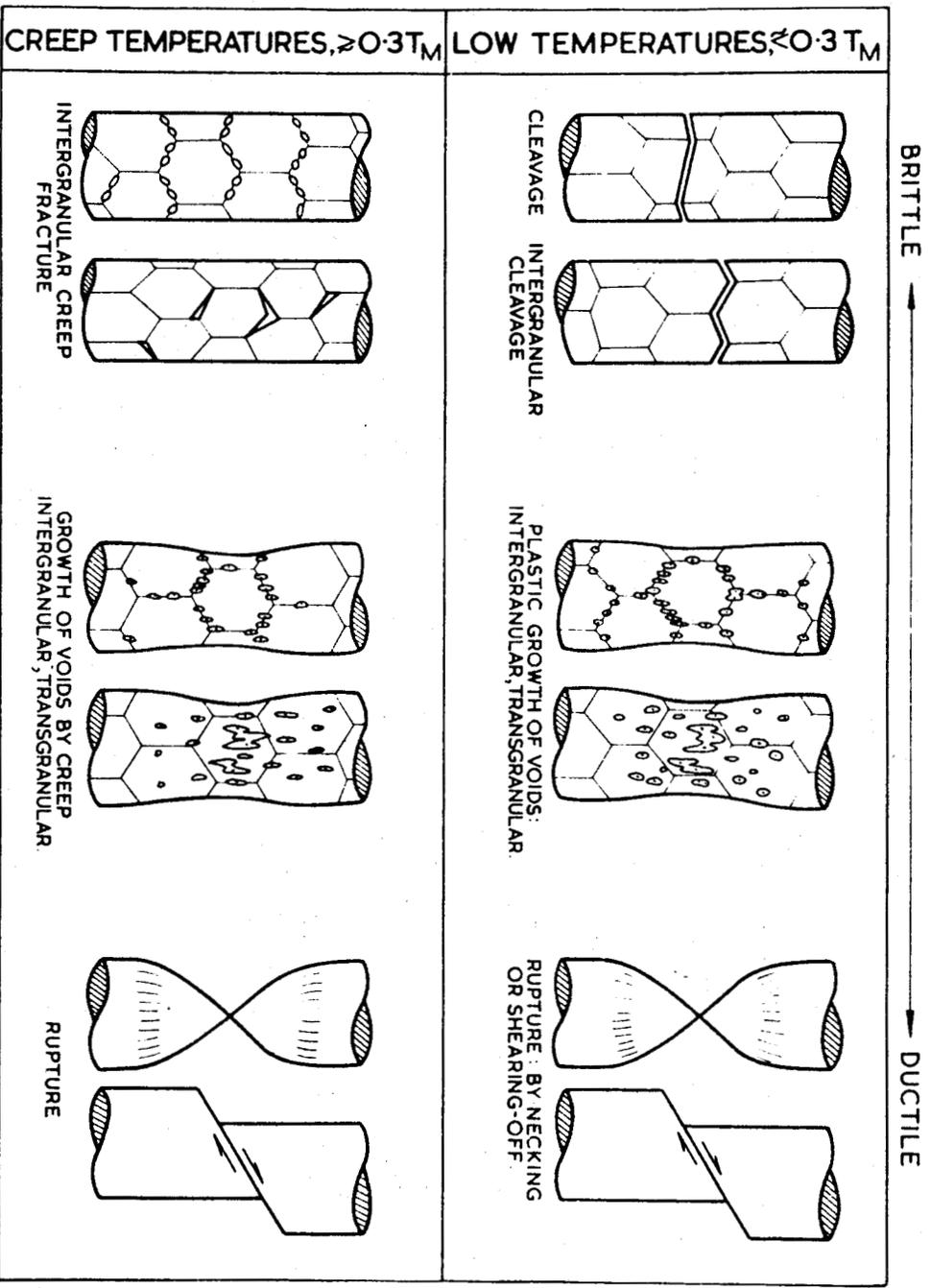


Figure 1.2.23

Classification des divers mécanismes de rupture en fluage
par Ashby [84]



à $T < 0,3 T_M$, l'écoulement plastique ne dépend que peu de
la température et du temps
à $T > 0,3 T_M$, les matériaux fluents.

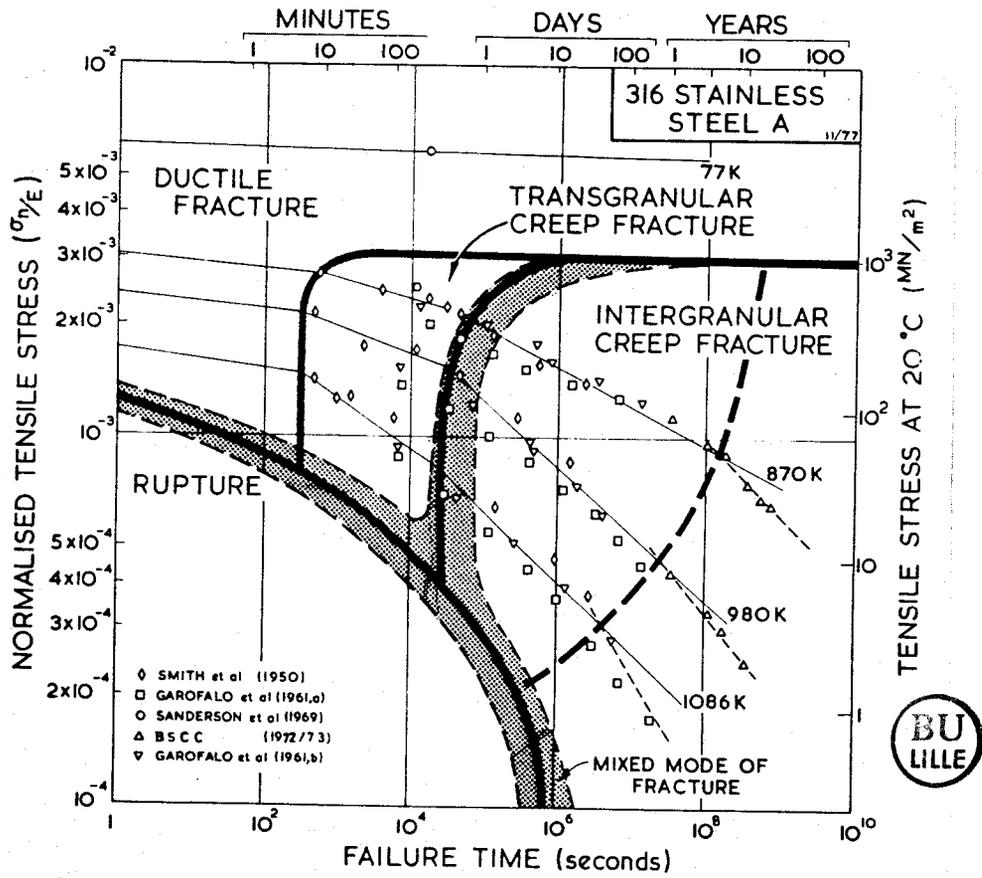


Figure I.2.24.a
Carte de rupture par fluage d'un acier 316
(d'après [84])

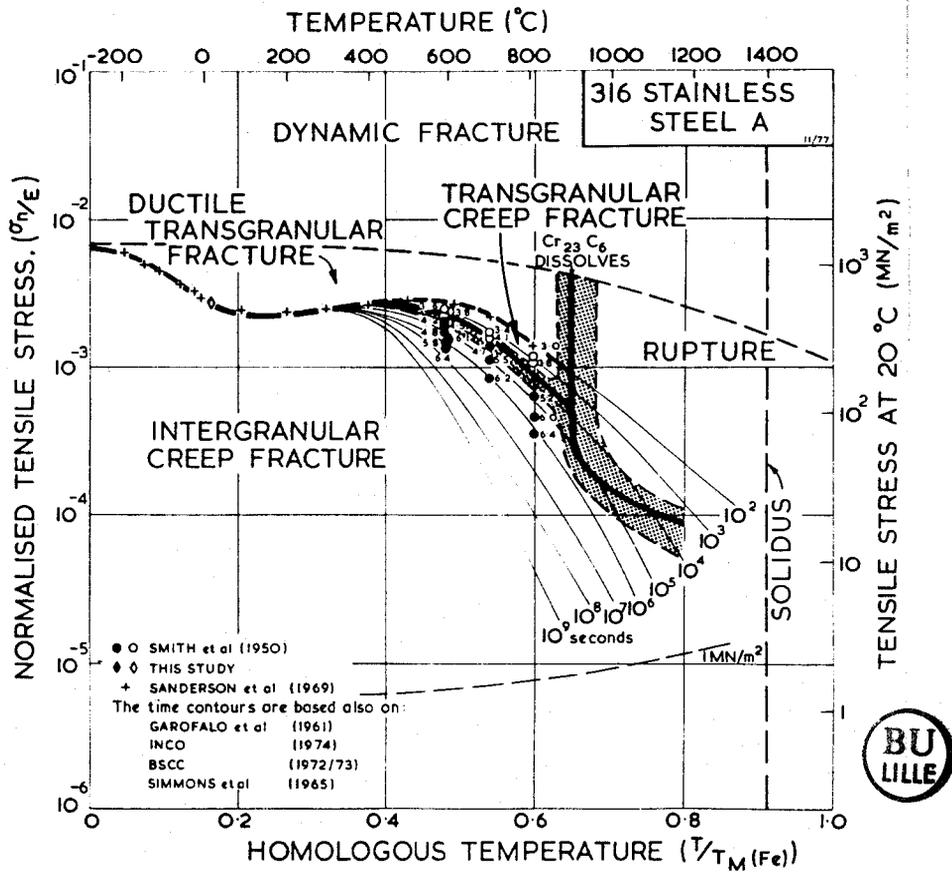
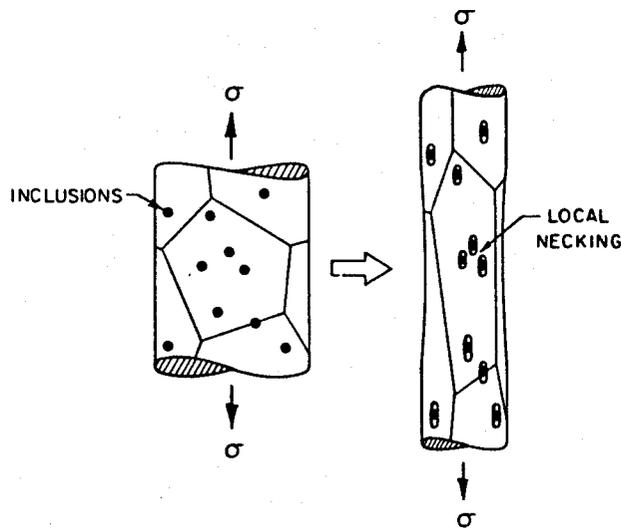
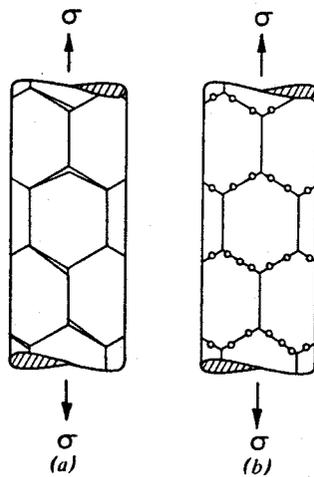


Figure I.2.24.b
 Carte de rupture par fluage d'un acier 316
 (d'après [84])



Principe de la rupture transgranulaire en fluage;
nucléation de cavités aux inclusions,
par concentration de contraintes



Principe de la rupture intergranulaire en fluage :
a) fissuration aux joints triples
b) cavitation aux particules intergranulaires

Figure I.2.25

Mécanismes de rupture par fluage, définis par Miller et Langdon [85]

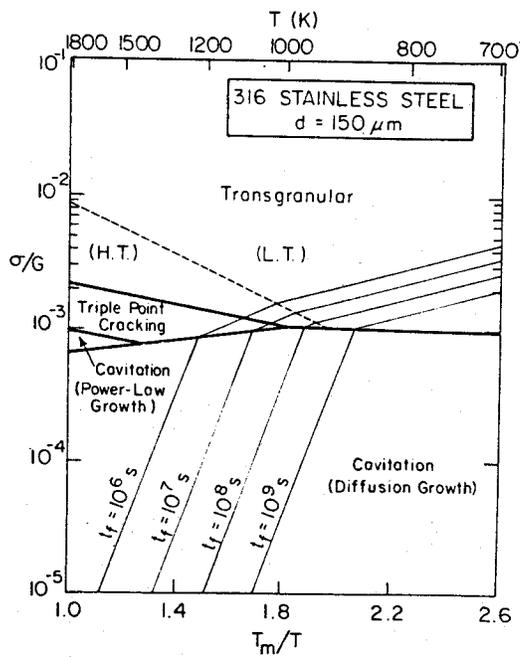
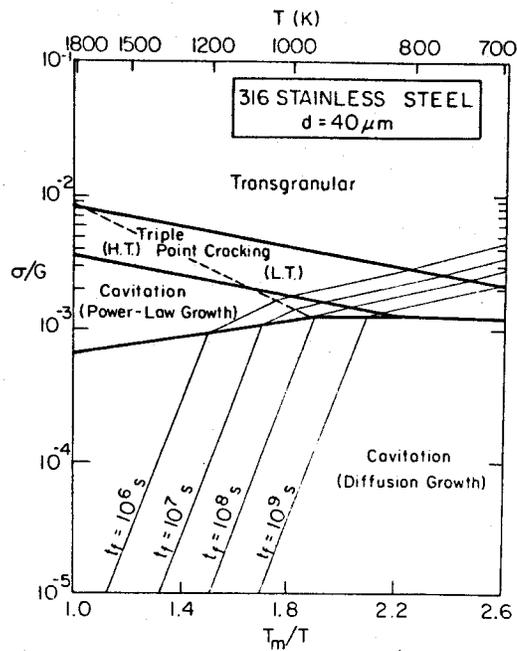


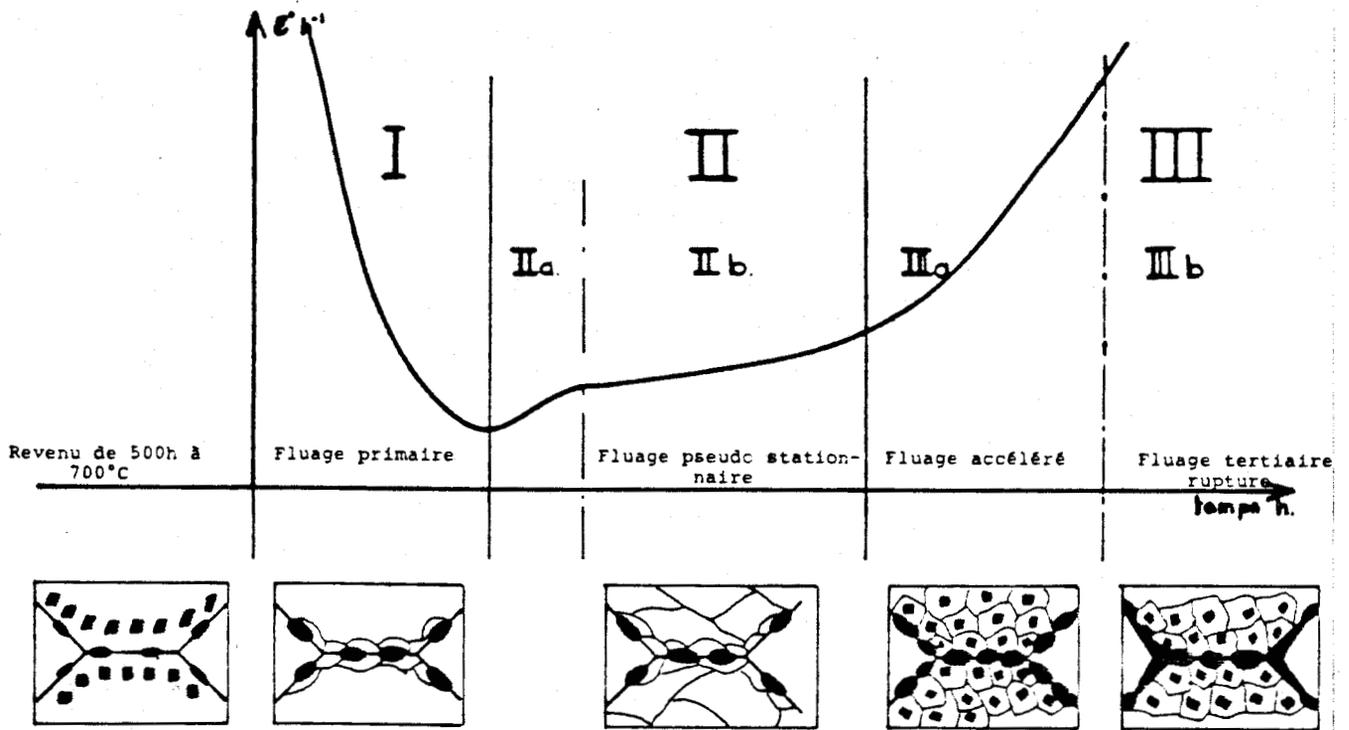
Figure I.2.26
Cartes de rupture par fluage d'un acier 316
(d'après [85])

I.2.4.3. Effet des éléments d'alliage sur le fluage des aciers type AISI 316

I.2.4.3.a. Effet du Carbone

Nous avons vu précédemment que l'acier 316L (0,02 % C) est préféré dans de nombreux cas à l'acier 316 (0,06 % C), essentiellement pour réduire les risques de corrosion intergranulaire. Cependant étant donnée l'influence de la précipitation intergranulaire sur la tenue au fluage, il est évident que l'acier 316L aura une moindre résistance au fluage que l'acier 316. Shinoda [87] a en effet montré qu'à 600 - 650 et 700°C, la contrainte de fluage pour la rupture en 1000 heures d'un acier 18-10 est croissante avec la teneur en Carbone jusqu'à une teneur de 0,23 % C (figure I.2.27).

Robert et al [88, 89] ont étudié la tenue au fluage à 700°C de deux aciers 316 (0,0435 % C) et 316L (0,0135 % C) dans les états hyperefféché puis revenu 500 heures à 700°C et hyperefféché puis écroui de 10 % à froid puis revenu 500 heures à 700°C. Ils montrent qu'une teneur croissante en Carbone augmente fortement le temps à rupture; de même un écrouissage préalable se révèle bénéfique (figure I.2.28). Les observations structurales réalisées par ces auteurs leur permettent de définir les différents stades de fluage présentés à la figure I.2.29 ainsi que l'évolution des ductilités illustrée à la figure I.2.30. Les différences observées entre les deux aciers et les deux traitements étudiés s'expliquent parfaitement par les influences de la teneur en Carbone et de l'écrouissage sur les caractéristiques de la dispersion des obstacles au mouvement des dislocations et au glissement aux joints de grains. Robert et al. en concluent que le renforcement des aciers ZCND17-13 est dû à l'existence d'une fine dispersion dans la matrice, sous forme de nuages, amas, préprécipités ou microprécipités à base de Carbone, même s'ils ne sont pas décelables au microscope électronique en transmission, comme c'est le cas pour l'acier à bas Carbone (Z2CND17-13). Ce durcissement de la matrice ralentit la formation de sous-structure de



- Evolution de la sous-structure de l'acier B à forte teneur en C au cours du fluage à 700°C
- Relations entre les caractéristiques - de la déformation - de la polygonisation - de la précipitation inter et intragranulaire.

Figure I.2.29
 Définition des différents stades de fluage des aciers
 ZCND17-13 à 700°C
 (d'après [88])

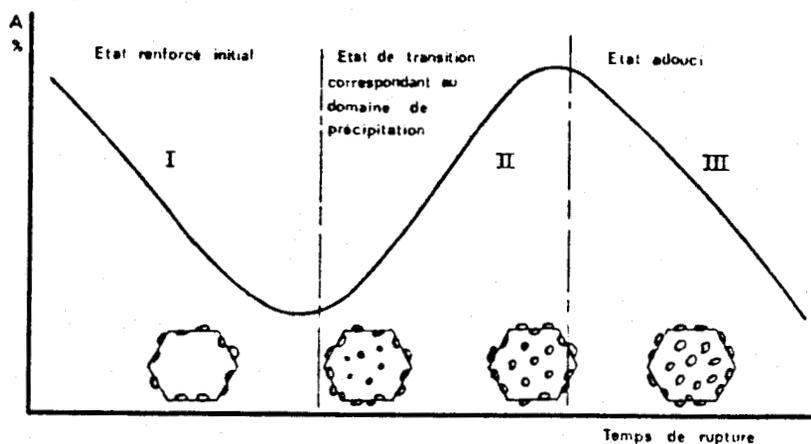


Figure I.2.30
 Acier ZCND17-13 : schéma d'évolution de la ductilité à la
 rupture par fluage entre 550 et 700°C dans le domaine
 des fortes contraintes
 (d'après [89])

dislocations, d'autant plus que la fraction volumique de ces composés est importante et finement dispersée. La vitesse de fluage secondaire correspond à une dispersion stable et efficace, associée à une sous-structure hétérogène essentiellement concentrée au voisinage des joints de grains. En fin de fluage secondaire et en fluage tertiaire, la vitesse de déformation augmente, en raison de l'adoucissement de la matrice dû à la coalescence des précipités; cet adoucissement s'accompagne de la création d'une sous-structure homogène de dislocations. La rupture a toujours lieu par fissuration intergranulaire dans la zone de striction. Elle est décrite en termes de glissements aux joints, très localisés et limités par la précipitation intergranulaire, conduisant à des concentrations de contraintes susceptibles de créer les décohésions conduisant à la rupture.

Si l'effet d'un écrouissage préalable à un vieillissement est bénéfique vis-à-vis du fluage des aciers 316 et 316L, Singh et al [90] montrent qu'un vieillissement à 827°C infligé à un acier 316L avant fluage à 636°C entraîne une précipitation intergranulaire optiquement visible après 5 heures, et comme conséquence une réduction du temps à rupture par augmentation de la vitesse de fluage secondaire, et ce, malgré une augmentation de ductilité. En effet la précipitation préalable, très tôt intergranulaire, appauvrit la matrice en éléments interstitiels, y compris les zones proches des joints de grains, expliquant ainsi l'augmentation de la vitesse de fluage secondaire et de la ductilité. Seul un vieillissement de 8-10 heures, grâce à une fine précipitation matricielle effective, entraîne une diminution de celles-ci. Avant et au-delà de cette durée de 8-10 heures, le vieillissement est néfaste pour la tenue au fluage du 316L.

1.2.4.3.b. Effet de l'Azote et des autres éléments d'alliage

Des éléments d'alliage autres que le Carbone sont susceptibles d'améliorer la résistance au fluage des aciers 316L; en particulier l'Azote, le Bore, le Molybdène, et à un degré moindre le Soufre et le Phosphore [91]. Nous analysons ici essentiellement l'effet de l'Azote en présence ou non d'autres éléments.

L'influence de l'Azote sur la tenue en fluage des aciers inoxydables austénitiques 18-12 a été largement étudiée [30,77,83,87,91-98] et de nombreux résultats expérimentaux sont rassemblés dans l'"ASTM Special Technical Publication 522" (1969) intitulé "Elevated temperature properties as influenced by nitrogen additions to types 304 and 316 austenitic stainless steels" [96-98]. La résistance au fluage des aciers 316L se trouve largement améliorée par la présence d'Azote. Mais cette amélioration diminue avec la température, comme le montrent les figures I.2.31 et I.2.32 concernant respectivement les aciers Z3CN18-10 (304L) [96] et Z12CN18-10 [87]; la figure I.2.32 montre même une annulation de l'effet de l'Azote à 800°C. Protiva [77] trouve un effet bénéfique de l'Azote à 600°C qui s'annule pour 10 000 heures, et un effet négatif au-delà (figure I.2.33). En deçà de ces seuils, l'Azote, bien que réduisant la ductilité, augmente la durée de vie à rupture par décroissance de la vitesse de fluage secondaire. Son rôle, comparable à celui du Carbone mais 1,25 fois plus fort [99], est de durcir la matrice par une fine dispersion de composés d'Azote, d'affiner les précipités et de ralentir la formation de phases intermétalliques, essentiellement celle de la phase σ [77]. De plus aux températures et temps à rupture moyens, l'Azote en solution solide réduit la diffusivité du Carbone dans la matrice, ralentissant ainsi la formation des carbures intergranulaires. Son rôle détériorant sur la ductilité est attribué, aux températures moyennes, à une rupture prématurée due à une matrice trop dure par

Figure I.2.31
(d'après [96])

Influence de la teneur en Azote sur la résistance au fluage d'un acier 304LN (Z3CN18-10) aux températures 649,732 et 816°C

a) Contrainte de fluage à la vitesse minimale de déformation $\dot{\epsilon} = 0,01$ %/heure

Les nombres juxtaposés aux points représentent l'exposant n de la loi de fluage secondaire $\dot{\epsilon} = A\sigma^n$

b) Résistance à la rupture par fluage en 1000 heures

Les nombres juxtaposés aux points représentent les ductilités à la rupture en 1000 h (%)

Figure I.2.31.a

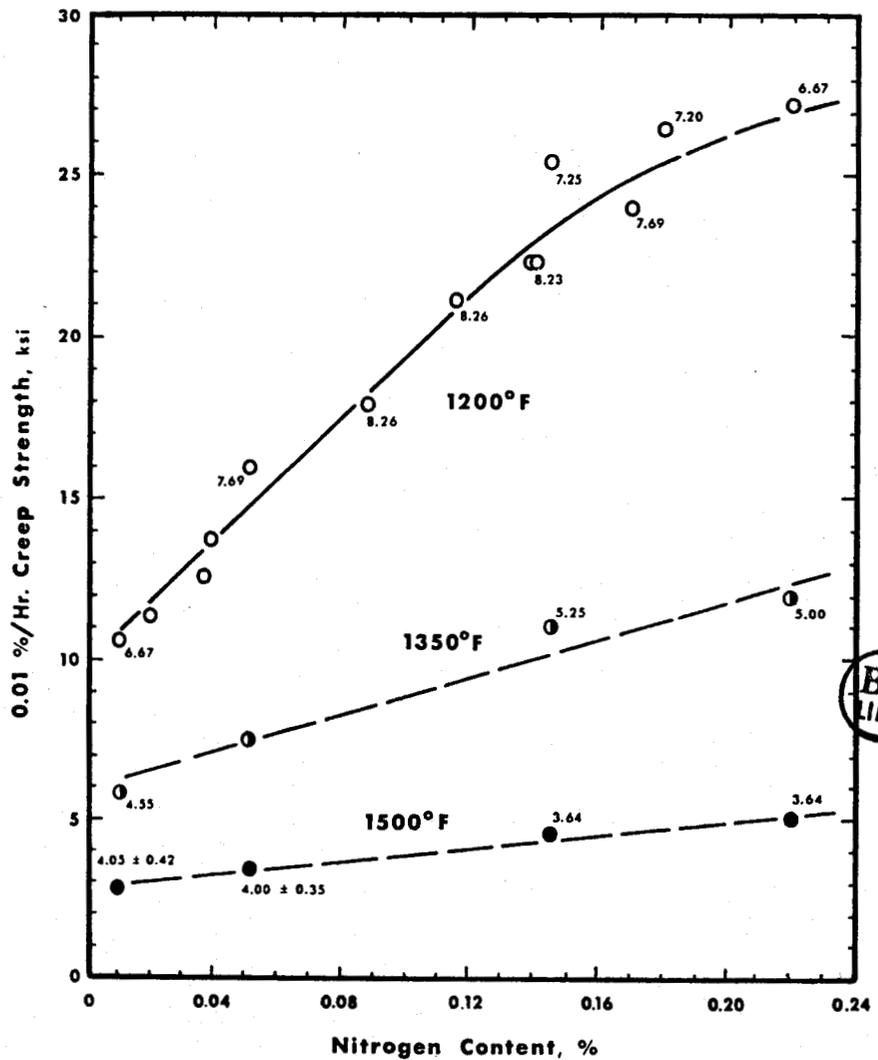


Figure I.2.31.b

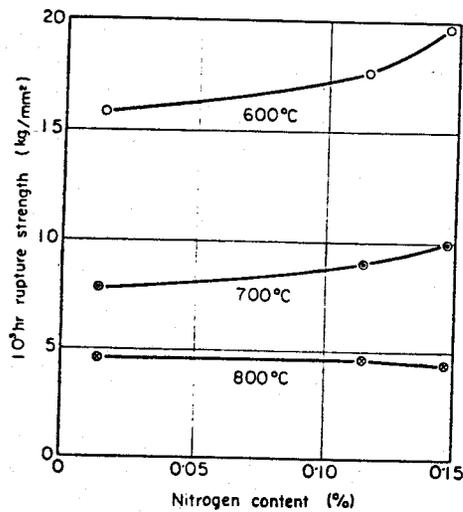
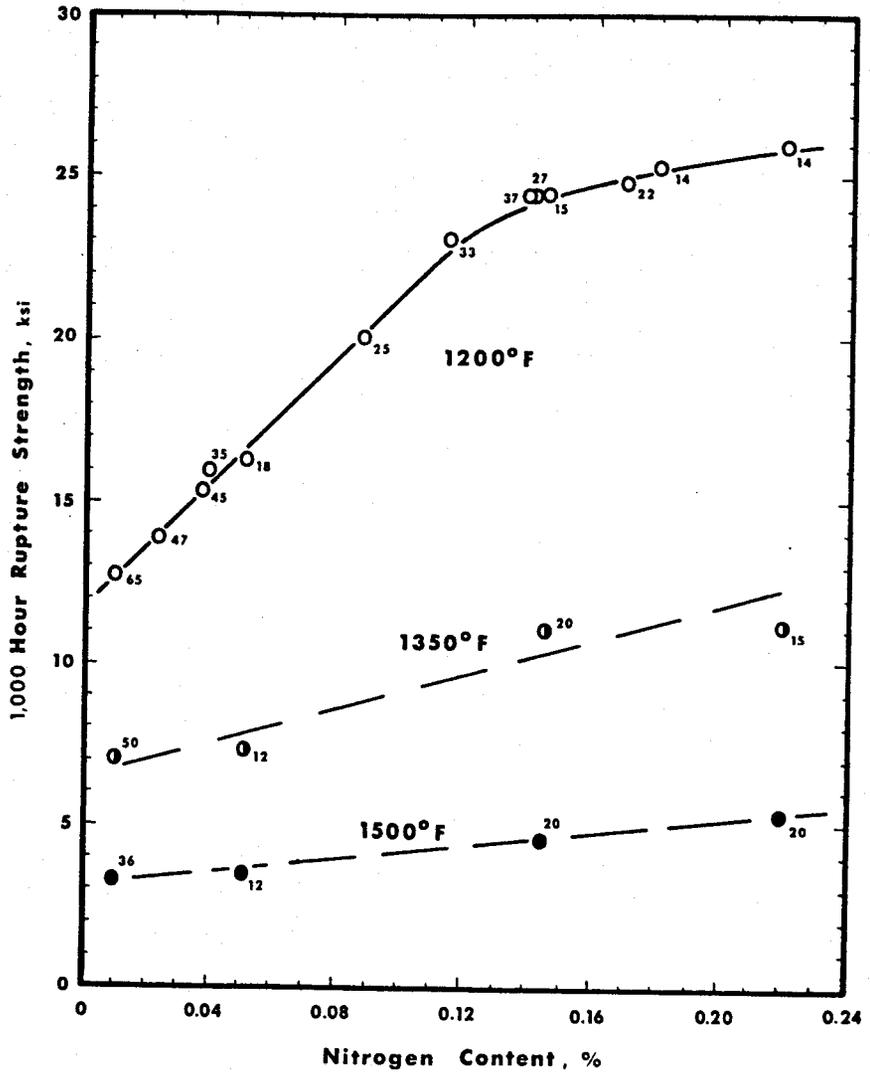


Figure I.2.32
(d'après [87])

Influence de la teneur en Azote sur la résistance à la rupture par fluage en 1000 heures d'un acier Z12CN18-10

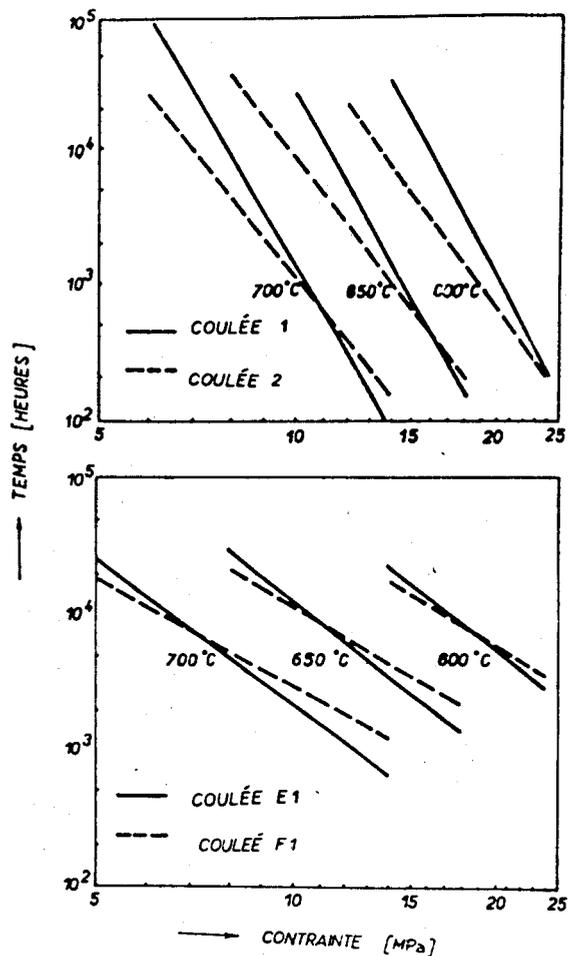


Figure I.2.33 [77]

Résistance au fluage d'aciers type 316 et 316 N

Coulée 1 : acier Z6CND17-12

Coulée 2 : acier Z3CND17-12

Coulée E1 : acier Z2CND16-12 + 0,118 % N

Coulée F1 : acier Z2CND17-13 + 0,168 % N

rapport à la résistance des joints, et à haute température à une accélération de la vitesse de fluage par précipitation et coalescence rapide de carbures, quand la teneur en Carbone est suffisante. En effet, la diffusion du Carbone est réduite par l'Azote, à basse et moyenne température, mais accrue à haute température [30].

Ainsi, bien que réduisant la ductilité à rupture, la présence d'Azote est bénéfique pour la résistance au fluage des aciers inoxydables austénitiques, dans le domaine des moyennes températures ($T < 800^\circ$) et des moyennes durées de vie ($t_f < 10\ 000$ heures), pourvu que la teneur en Carbone ne soit pas trop élevée. Son effet peut néanmoins être modulé par d'autres éléments d'alliage.

Le rôle bénéfique du Bore, autre élément interstitiel, sur la tenue en fluage de ces aciers, est mis en évidence par Shinoda et al. [87]. Il est surtout important à bas carbone ($< 0,10\%$) et décroît avec la température (figure I.2.34). Mais, contrairement à l'Azote, il améliore également la ductilité au fluage.

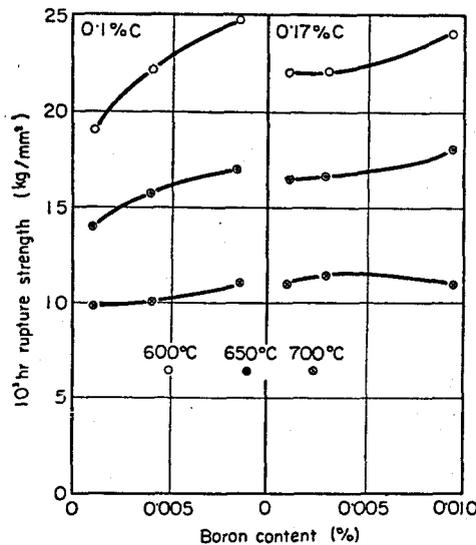


Figure I.2.34

(d'après [87])

Influence de la teneur en Bore sur la résistance à la rupture par fluage en 1000 heures d'un acier Z12CN18-10

Les effets simultanés de l'Azote et du Bore sont évalués par les formules proposées par Needham [91], définissant la résistance à la rupture en 10 000 heures d'un acier AISI 316 (Z6CND18-12) en fonction de ses éléments d'alliage :
à 650°C $R_{10000 h} = 173,8 + 7243 B + 961 N + 1145 S - 7,5 Cr$
(MPa)

à 700°C $R_{10000 h} = 123,8 + 2930 B + 336,5 N - 4,4 Cr$
(MPa)

En accord avec ces formules, Mercier [94] montre, sur un acier AISI 316L (Z2CND18-12) que les effets de l'Azote et du Bore sont cumulatifs sur la contrainte à rupture en 10^5 heures à 650 et 700°C. Mais Hopkin et Taylor [92] montrent qu'en fluage à longue durée d'aciers 316 à 700°C, la cinétique de précipitation du Bore est plus rapide que celle de l'Azote, et le durcissement au fluage est dès lors essentiellement attribué aux interstitiels d'Azote.

L'effet du Molybdène est également considérable [30,91,98]. Le Molybdène augmente à la fois la durée de vie et la ductilité du 316L, quels que soient la température et le temps à rupture [91]. Le durcissement au fluage dû au Molybdène est associé à un durcissement par solution solide substitutionnelle vraisemblablement par un ancrage de Cottrell sur les dislocations [30]; ce durcissement est beaucoup plus stable que celui dû à des interstitiels et augmente avec la température. Bien que le Molybdène facilite la précipitation de phase σ , il favorise une fine précipitation matricielle de carbures $M_{23}C_6$ et en ralentit la coalescence; cette précipitation assure une forte ductilité en évitant de grandes zones de précipités aux joints de grains et surtout en limitant le glissement aux joints grâce à une matrice plus dure [30]. Pourtant, dans un tube de surchauffeur en acier 316, rompu en 10^5 heures de service à 568°C, Lai et al [100] identifient les phases σ , $M_{23}C_6$ et essentiellement n . Cette dernière phase a absorbé environ 50 % du Molybdène initialement en solution, réduisant ainsi fortement la résistance à la déformation par fluage de

la matrice, et conduisant alors à la rupture. Un phénomène de discontinuités dans la déformation par fluage à 811 et 866°C a également été attribué au Molybdène [101]. Des sauts de déformation de 2 % environ, à raison de 2 ou 3 par essai, entraînent des réductions de durée de vie et sont attribués à la mauvaise répartition du Molybdène dans la matrice, consécutive à l'élaboration.

Néanmoins l'association Azote - Molybdène est très bénéfique. Kawabe et al. [30] montrent en effet que les durcissements au fluage d'un acier Z20CND18-12 dus à l'addition d'Azote (0,12 % pds) et de Molybdène (3 % pds) ne sont pas cumulatifs, mais qu'il existe une interaction d'alliage positive sur la vitesse de fluage secondaire, au delà de 700°C et à long terme. Cette interaction d'alliage, croissante avec la température, est vraisemblablement liée à une évolution structurale en cours de fluage. Les phénomènes incriminés dans le durcissement sont peut-être un durcissement par solution solide mixte interstitielle - substitutionnelle ("I.S. effect"), connu dans des aciers à bas carbone mais moins évident dans les aciers inoxydables austénitiques, mais plus certainement, essentiellement, un phénomène de durcissement par précipitation fine de $CrMoN_x$ dans la matrice; en effet, les domaines temps - températures de précipitation de cette phase et d'interaction bénéfique N-Mo coïncident. Cette précipitation, très proche des joints mais non intergranulaire, durcit la matrice et en accroît la ductilité à rupture.

La présence d'éléments ayant une affinité pour l'Azote doit permettre de stabiliser la structure, et de maîtriser une fine précipitation matricielle rapidement effective sur la vitesse de fluage secondaire. Comme le montrent Rohlin et Aronsson [93], l'effet de durcissement au fluage dépend du degré d'affinité entre l'élément métallique stabilisant et l'Azote (ou le Carbone, ou le Bore). En effet, si l'affinité est trop forte, les précipités,

trop gros, seront difficilement dissous par mise en solution et ne pourront donc précipiter finement et de manière dispersée, durant le fluage; en revanche, si l'affinité est trop faible, l'interaction des précipités avec les dislocations sera trop faible aux températures de fluage. La figure I.2.35 montre schématiquement comment évolue la vitesse de fluage secondaire à 650°C avec la solubilité des précipités MX dans les aciers inoxydables austénitiques mis en solution à 1050°C.

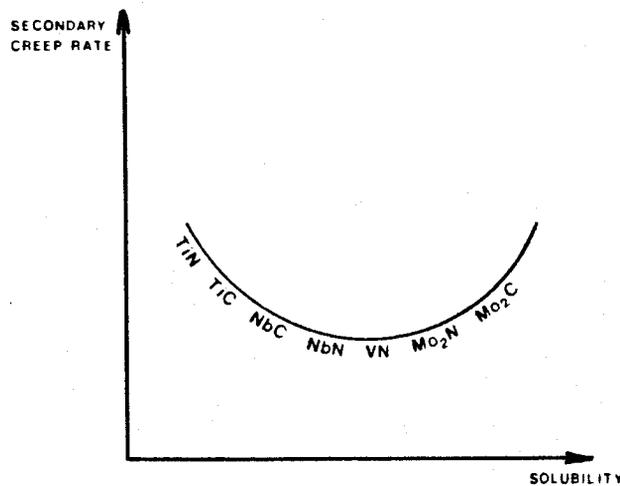


Figure I.2.35 [93]

Représentation schématique de la vitesse de fluage à 650°C d'un acier inoxydable austénitique en fonction de la solubilité des précipités MX

Divers phénomènes peuvent expliquer la stabilité des fins précipités [102]. Le premier, appelé mécanisme de précipitation - redissolution, a été reconnu par Liljestrang et al [95] sur un acier 316L allié à 40 ppm B, 0,4 % V et 0,12 % N en poids. La meilleure résistance au fluage à 650°C (figure I.2.36) est attribuée aux nitrures de vanadium précipités sur les dislocations générées par le fluage [83,95]. Ces précipités VN restent fins et dispersés : en effet, quand les dislocations s'échappent des précipités, ceux-ci, de taille sub-critique, se redissolvent, augmentant alors la teneur en Azote de la matrice, et permettant la reprécipitation sur une autre dislocation arrêtée.

Silcock [103] montre le second phénomène, à savoir qu'une précipitation matricielle initiale de TiN renforce un acier à 25 % Ni et 20 % Cr grâce à la forme dendritique des particules qui offrent une forte contrainte d'Orowan et grâce au ralentissement de la restauration. Mais la fine précipitation matricielle de l'Azote en excès, durant le fluage, participe de manière non négligeable à la réduction de la vitesse de fluage. De manière similaire une précipitation lente continue de TiC sur les dislocations peut être obtenue grâce à la dissolution des carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains, comme l'a démontré Engberg [104].

Enfin Engberg [104] reconnaît le troisième phénomène qui est la stabilité des précipités TiC due à la très faible coalescence contrôlée par la diffusion du Titane dans la matrice. Ceci n'est plus vrai en présence de Si, qui fait croître les carbures de Ti [93]. Néanmoins ces phénomènes n'expliquent pas les différentes ductilités obtenues; celles-ci sont vraisemblablement attribuables à un relatif équilibre entre les durcissements matriciel et intergranulaire par précipitation.



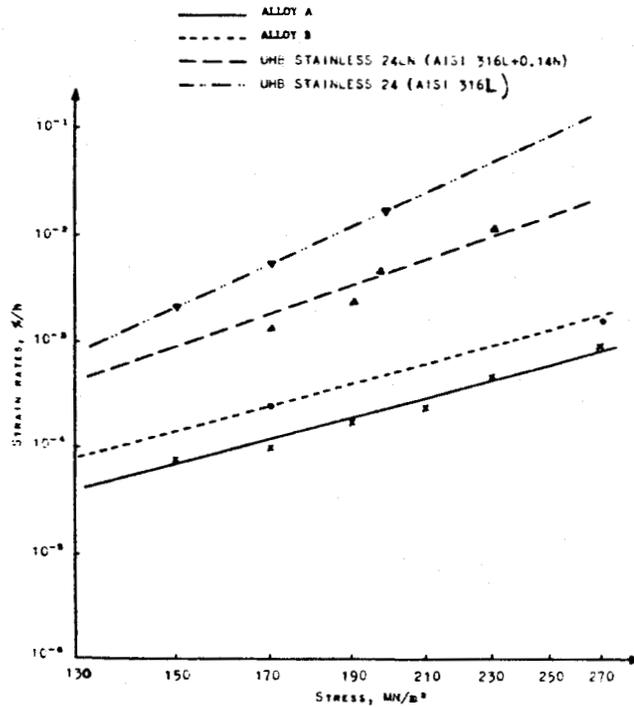


Figure I.2.36 |95|

Vitesses moyennes de fluage en fonction de la contrainte à 650°C, pour les aciers suivants :

Alliage A: Z2CND18-13 à 0,12 % N 0,41 % V 0,004 % B

Alliage B: Z3CND18-13 à 0,22 % N 0,37 % N 0,005 % B

UHB 24 LN : Z2CND17-12 à 0,14 % N

UHB 24 : Z2CND17-12

I.2.5 INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

L'effet de l'Azote sur le comportement en fatigue endurance et en fatigue oligocyclique, des aciers inoxydables austénitiques a fait l'objet de peu d'études, assez disparates par ailleurs. En gros une bonne résistance à la fatigue implique deux qualités essentielles : une déformation plastique homogène permettant de retarder l'amorçage des fissures, et une forte résistance à la propagation des fissures. Il semble que le rôle des interstitiels dans les métaux CFC porte essentiellement sur la phase d'amorçage des fissures, par modification de la structure des dislocations et de leur dynamique (effet de l'énergie de faute d'empilement, effet d'une précipitation dispersée).

I.2.5.1. Effet de l'implantation d'ions d'Azote

H. Herman donne une revue bibliographique [105] sur l'influence de l'implantation d'ions dans les métaux sur les propriétés mécaniques de surface, en particulier sur les propriétés en fatigue. Si un certain nombre d'auteurs cités étudient la résistance à la fatigue d'aciers ferritiques implantés, à notre connaissance aucun n'étudie le cas d'aciers inoxydables austénitiques. Néanmoins de nombreux autres métaux CFC font l'objet de telles études. L'implantation d'ions permet un durcissement de la couche en surface, limitant ainsi l'émergence des dislocations, la formation de bandes de glissement persistantes et d'intrusions-extrusions qui jouent le rôle habituel d'initiateurs de fissures. Il faut noter que le durcissement surfacique des aciers 316 par implantation d'ions d'Azote a été préconisé [106] pour fragiliser ce métal à la rupture par flexion.

1.2.5.2. Effet de l'Azote interstitiel

Le rôle de l'Azote en solution solide sur la fatigue conventionnelle ($10^5 < N_R < 10^8$ cycles, N_R étant le nombre de cycles à rupture) et oligocyclique ($N_R < 10^5$ cycles) des aciers inoxydables austénitiques a fait l'objet de quelques études [49,50,107,108,109,110,111].

Shepic et Schwartzberg [107] cité par [64] ont étudié la résistance à la fatigue sous déformation imposée d'un acier 21 Cr - 6 Ni - 9 Mn durci à l'Azote, aux températures inférieures ou égales à la températures ambiante. Ils montrent qu'à grandes déformations, les durées de vie augmentent fortement avec la température (figure I.2.37.a) l'inverse étant vrai à faibles déformations. Une comparaison de ces résultats à 4K avec ceux obtenus sur un 304L (Z2CN18-12) et sur un 316 (Z6CND18-12) par les mêmes auteurs indique que l'acier 21 Cr - 6 Ni - 9 Mn a une meilleure résistance à la fatigue que le 304, mais une moins bonne que le 316 (figure I.2.37.b). Ainsi la meilleure résistance à la traction de l'acier durci à l'Azote ne se traduit pas par une meilleure résistance à la fatigue à basse température.

Kass et al [108] ont étudié l'influence du comportement de recristallisation sur les propriétés en fatigue ($N_R > 10^3$ cycles) de l'acier XM 19 (22 % Cr - 13 % Ni - 5 % Mn - 2 % Mo - 0,30 % N) à 288°C. Ils montrent que l'acier XM 19 est plus résistant que l'acier 304 (Z6CN18-12) à grandes durées de vie, mais comparable à faibles durées de vie (figure I.2.38). Nilsson [49,109] confirme cette tendance : la résistance à la fatigue oligocyclique à 600°C d'un acier 316 N (Z6CND17-12 allié à 0,21 % N) est supérieure, à basses déformations essentiellement à celle d'un acier 316 (Z6CND17-12 allié à 0,056 % N)

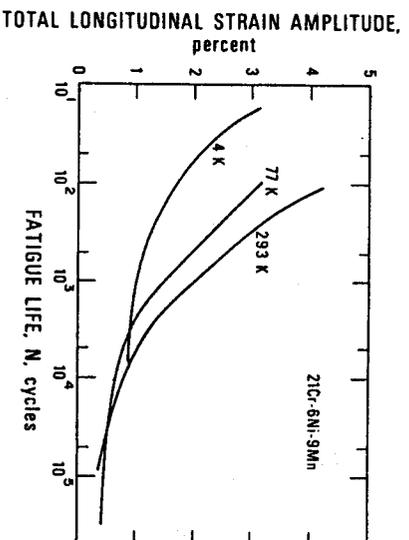


Figure I.2.37.a

Courbes de fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 21 Cr - 6 Ni - 9 Mn durci à 1'Azote à 293, 77 et 4 K (d'après I1071)

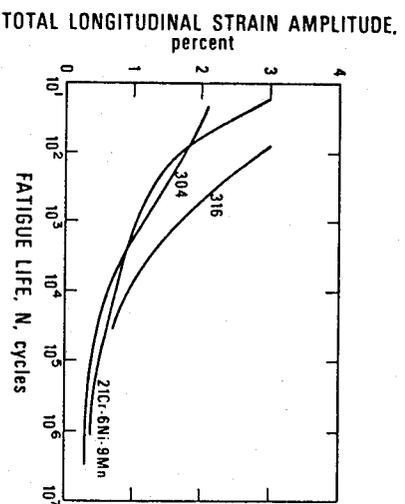


Figure I.2.37.b

Courbes de résistance à la fatigue oligocyclique à 4 K de trois aciers inoxydables austénitiques types 304, 316 et 21 Cr - 6 Ni - 9 Mn durci à 1'Azote (d'après I1071)



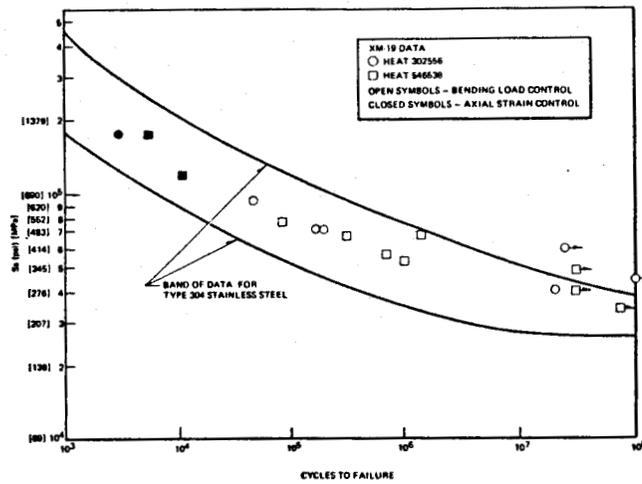


Figure I.2.38 (d'après [110])
 Résistance à la fatigue d'un acier inoxydable austénitique
 XM 19 comparée à celle de l'acier 304

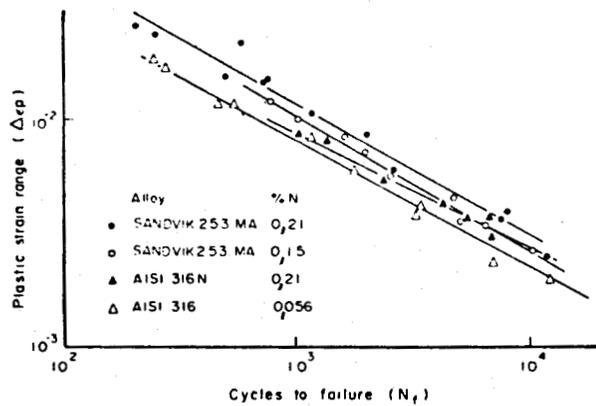


Figure I.2.39
 Résistance à la fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables
 austénitiques alliés à l'Azote (d'après [112])

(figure I.2.39). Nous-mêmes avons montré [50,110,111] qu'à température ambiante, la durée de vie en fatigue oligocyclique d'un acier type 316L augmente avec la teneur en Azote et avec le niveau de déformation imposé (figure I.2.40).

Tous ces auteurs attribuent la meilleure résistance à la fatigue des aciers alliés à l'Azote, à un allongement de la période d'amorçage, dû essentiellement à un abaissement de l'énergie de faute d'empilement, et à une déformation plus homogène grâce aux interactions dislocations - solutés. L'effet favorable de l'énergie de faute d'empilement sur la résistance à la fatigue a été démontré sur d'autres types d'alliages cubiques à faces centrées (Cu - Zn par Lukas et Klesnil [116], Cu - Al par Abel [117], Co - Ni par Chalant et Rémy [118]); celui de l'homogénéité de la déformation a été clairement décrit par Pelloux [119] et Mughrabi [120] dans des articles de synthèse.

D'une manière générale ces études n'interprètent pas suffisamment le rôle des atomes d'Azote interstitiels dans la plasticité cyclique des aciers inoxydables austénitiques, ni celui de la précipitation de nitrures qui apparaît assez rapidement à haute température.

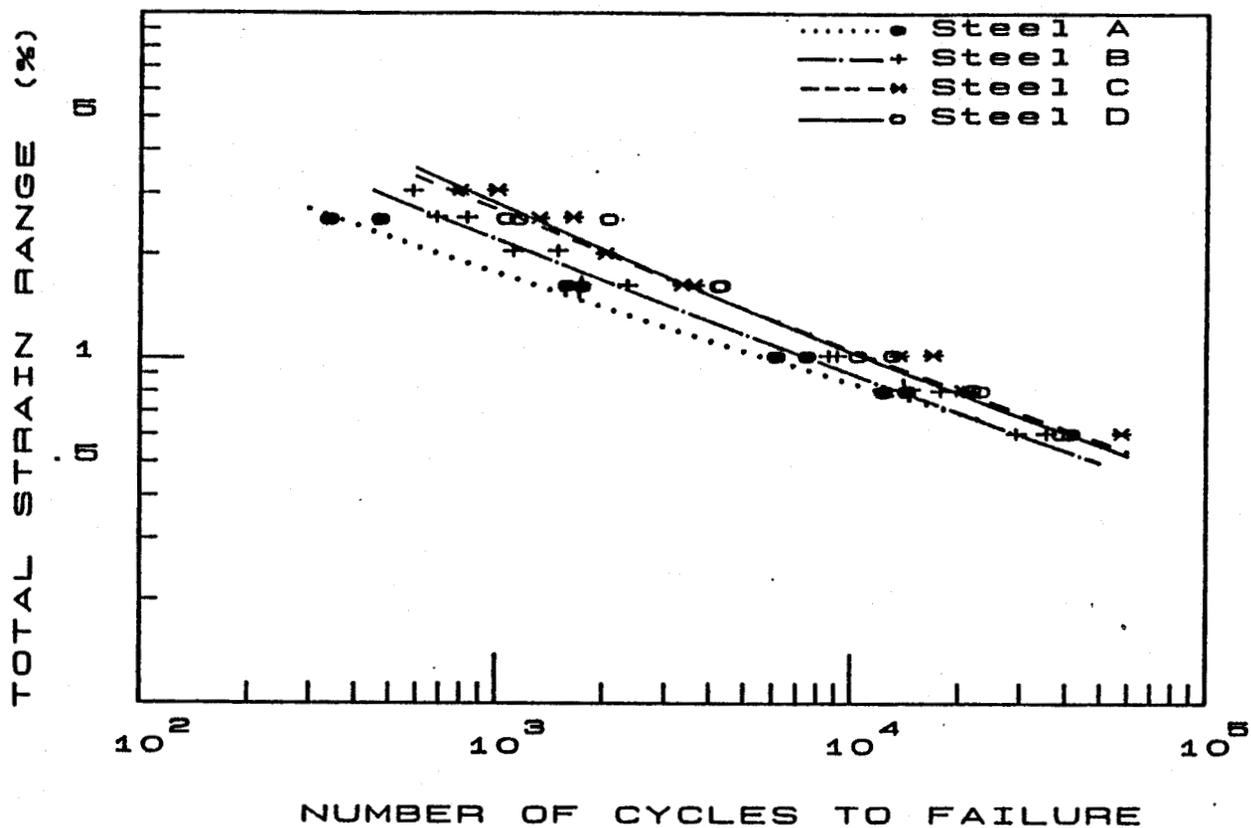


Figure I.2.40 (d'après [111])
Résistance à la fatigue oligocyclique de 4 aciers 316L
diversement chargés en Azote

Acier A à 0,029 % N

Acier B à 0,071 % N

Acier C à 0,120 % N

Acier D à 0,250 % N

I.3. COMPORTEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES TYPE 316 EN SOLLICITATIONS VARIABLES

I.3.1. INTRODUCTION

Notre étude traite du comportement en fatigue plastique d'aciers type 316L alliés à l'Azote. Il convient donc de rappeler les résultats rapportés dans la littérature, relatifs au comportement en sollicitations cycliques des aciers 316 et 316L couramment utilisés dans la construction des centrales nucléaires. En cours de fonctionnement, les aciers sont soumis à des régimes permanents prolongés à des températures de l'ordre de 550°C, interrompus par des régimes transitoires d'arrêt et de démarrage. Les maintiens en charge occasionnent un endommagement par fluage-relaxation, tandis que les phases transitoires provoquent un endommagement par fatigue. Les déformations atteignent localement le domaine plastique. Aussi il convient d'étudier avec grande attention le comportement de ces aciers en fatigue plastique et en fatigue-relaxation. Ceci explique l'abondance des publications dans le domaine. Nous en rapportons les résultats essentiels.

I.3.2. FATIGUE PLASTIQUE DES ACIERS TYPE 316 - 316L

I.3.2.1. Consolidation cyclique - Aspects microstructuraux

Le comportement en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques Z-CND17-12 est caractéristique de celui des métaux cubiques à faces centrées (CFC) à l'état de solutions solides $\{111\}$ dont l'énergie de faute d'empilement est faible (30 mJ/m² pour l'acier Z2 CND17-13 $\{22\}$). Cependant il convient dès à présent de préciser que le comportement en fatigue varie avec

le type d'essai (cyclage à contrainte et fréquence constantes, cyclage à amplitude et vitesse de déformation totale constantes, cyclage à amplitude et vitesse de déformation plastique constantes), avec l'état métallurgique initial du matériau (en solution solide, écroui, vieilli...) et avec les conditions expérimentales (température, vitesse de déformation, environnement).

Le comportement de consolidation cyclique est étroitement relié à l'évolution de la microstructure. Les aspects microstructuraux de la déformation cyclique des matériaux CFC et CC ont été décrits dans deux récents articles de synthèse par T. Magnin et al. [118, 119]. Plusieurs travaux ont analysé les aspects microstructuraux de la déformation plastique cyclique des aciers 316 [120, 121, 122, 123] et les ont comparés à ceux de la déformation plastique monotone. Il existe de nombreuses études de la déformation plastique cyclique des mono- et polycristaux de métaux CFC tels le Cu et l'Al. Dans le 316L, seuls les travaux de C. Gorlier [122] comparent les microstructures de fatigue obtenues sur mono- et polycristaux. Les comportements en déformation plastique cyclique du mono- et du polycristal sont très semblables, tant à 20°C qu'à 600°C.

a - Microstructure initiale de l'acier 316 L hypertrempé

Essadiqi [124] note qu'à l'état hypertrempé et irradié pour épingler les dislocations, la microstructure du 316L est très hétérogène d'un grain à l'autre et à l'intérieur d'un même grain. Elle se compose de macles thermiques, de quelques fautes d'empilement et d'empilements de dislocations aux joints. La densité de dislocations avoisine 10^9 cm/cm³. Les dislocations sont principalement parfaites et mixtes. Ces résultats sont en accord avec l'analyse microstructurale d'un acier 316L hypertrempé seulement [123].

b - Déformation cyclique du monocristal de 316L orienté pour le glissement simple

A température ambiante, un monocristal d'acier 316L orienté pour le glissement simple présente, à bas niveau de déformation imposée ($\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = \pm 3 \cdot 10^{-3}$), une forte contrainte maximale au premier quart de cycle, pour vaincre le frottement de réseau, et une contrainte quasi-constante par la suite $\{122\}$ (fig. I.3.1.a.). Les dislocations mobiles restent dans leur plan de glissement, et il n'y a pas multiplication de dislocations. Seule une tendance au durcissement apparaît en même temps que le stade de fissuration macroscopique, qui active des systèmes de glissement secondaires. A fort niveau de déformation plastique ($\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = \pm 10^{-2}$) il y a durcissement cyclique à partir de la mi-durée de vie. Là encore seul le système primaire de glissement est activé initialement, d'où l'absence de durcissement. Progressivement apparaissent des systèmes secondaires qui interagissent avec le système primaire. Ces interactions sont très intenses dans le cas des matériaux à faible énergie de faute d'empilement. Elles augmentent la densité de dislocations et par là-même le durcissement du monocristal. Quel que soit le niveau de déformation plastique, le durcissement est d'autant plus intense et rapide que la température est élevée. Un accroissement de température favorise le glissement dévié, augmente le nombre d'obstacles, donc la densité de dislocations. Il existe par ailleurs un durcissement à chaud dû aux interactions dislocations - interstitiels. Ce durcissement se manifeste par l'effet Portevin - Le Châtelier et par le vieillissement statique (strain aging).

L'adoucissement cyclique que présentent les mono- et polycristaux de 316L à moyenne température (300-600°C, fig. I.3.1.b et c) s'explique par l'arrangement des dislocations en canaux. Cette configuration permet une accommo-

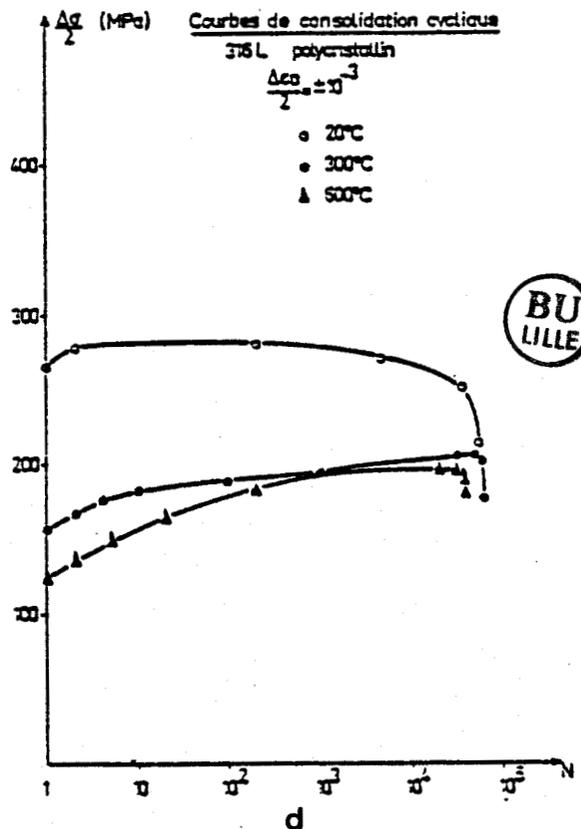
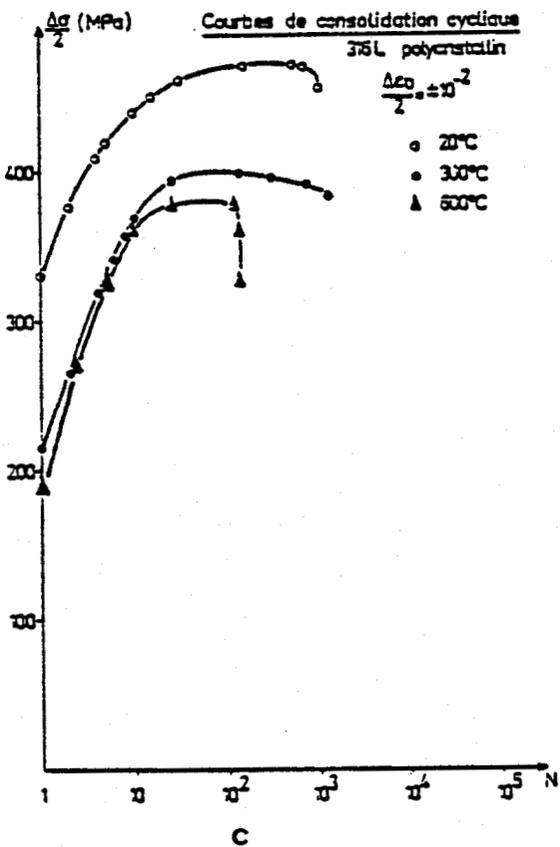
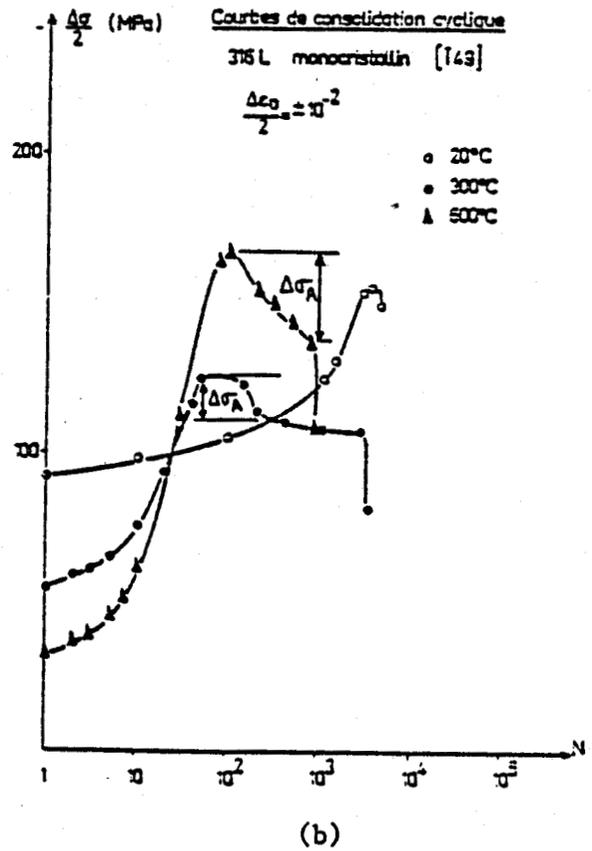
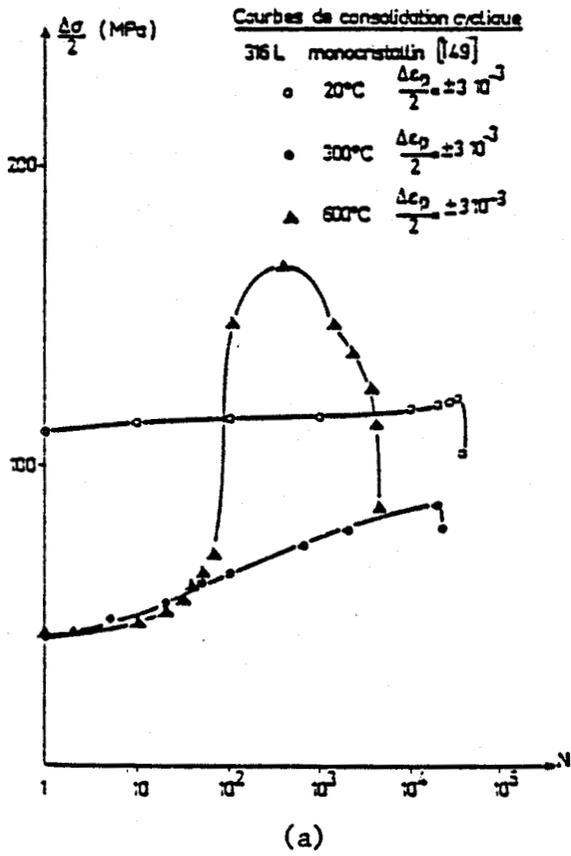


Figure I.3.1
 Courbes de consolidation cyclique du 316L
 a - b : 316L monocristallin [149]
 c - d : 316 L polycristallin

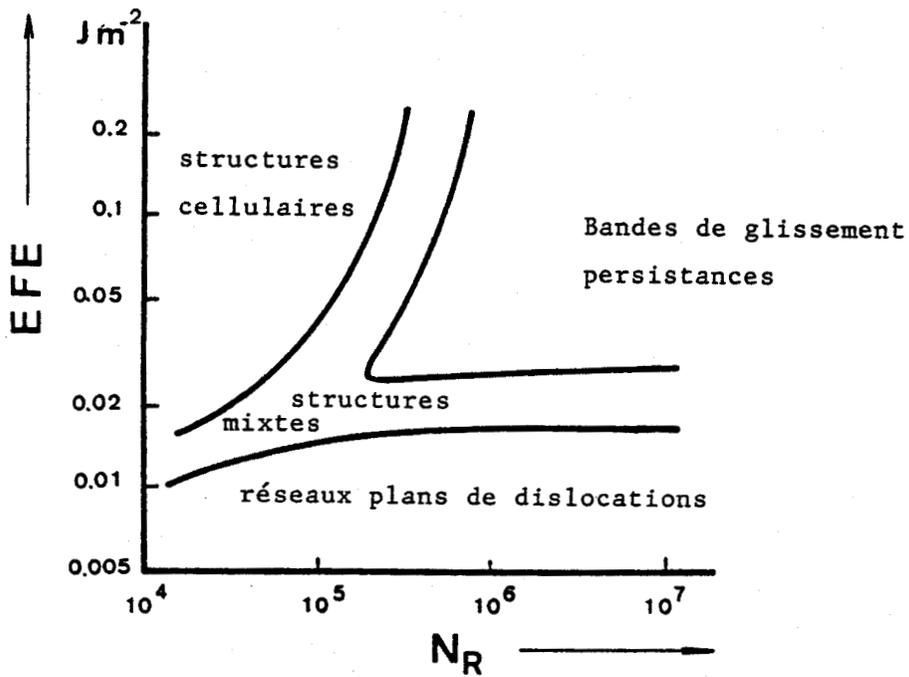
dation plus facile de la déformation plastique dans les canaux "mous". La structure en canaux est à différencier de la structure en veines qui précède la formation des bandes de glissement persistantes (BGP). Il semble que les BGP ne soient pas une sous-structure caractéristique de tous les métaux CFC fatigués. Une basse énergie de faute d'empilement conserve à la déformation son caractère plan, et la structure en murs rectilignes et parallèles conduit à la formation de cellules parallélépipédiques de très petite taille [125]. Klesnil et Lukas [126] proposent de représenter l'effet de l'EFE sur les sous-structures de dislocations obtenues en fatigue, par les figures I.3.2.a et b, en surface et dans la masse d'une éprouvette, respectivement.

c - Déformation cyclique des polycristaux d'aciers 316 et 316L

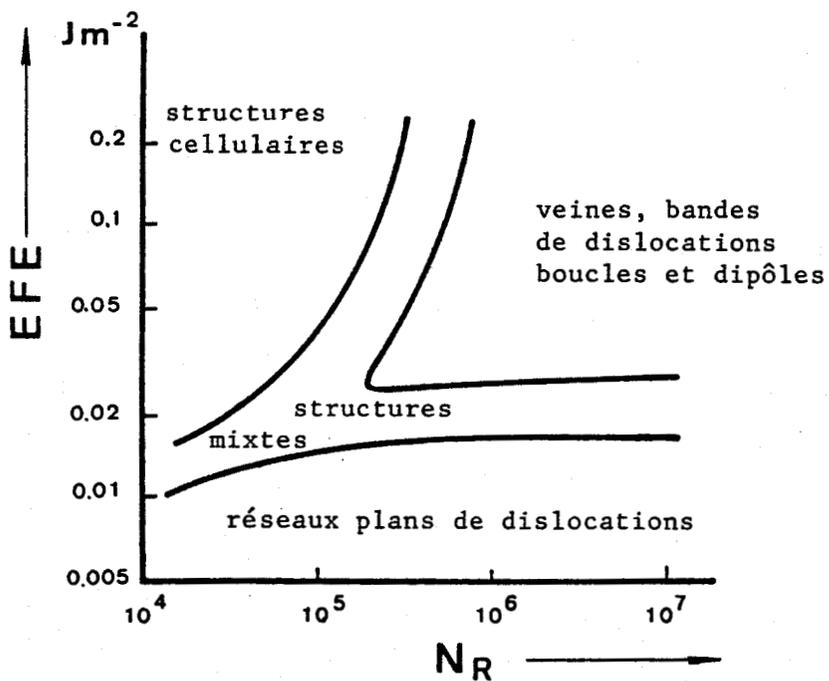
C. Gorlier [122] montre que la corrélation entre les courbes contrainte - déformation plastique du polycristal $\sigma - \epsilon_p$ et scission résolue - amplitude de cisaillement $\tau - \gamma_p$ du monocristal de 316L est meilleure avec un coefficient type modèle de Taylor ($M \approx 3$) qu'avec un coefficient type modèle de Sachs ($M \approx 2,24$) :

$$\sigma = M\tau \quad \text{et} \quad \epsilon_p = \frac{\gamma_p}{M}$$

Un coefficient type modèle de Sachs convient pour le Cu. Le Cu polycristallin présente une faible incompatibilité de déformation entre grains. Il se déforme en fatigue par BGP, caractéristiques d'un glissement simple [111]. Le 316L fatigué à fort niveau de déformation ($\frac{\Delta \epsilon_p}{2} \approx \pm 10^{-2}$) ne présente pas de BGP, mais un glissement multiple, surtout au voisinage des joints de grains. Ce glissement multiple provient d'une forte incompatibilité de déformation entre grains. Un coefficient type modèle de Taylor permet d'en rendre compte [128].



a) Structure des dislocations en surface



b) Structure des dislocations dans la masse

Figure I.3.2

Structures de dislocations en fatigue en fonction du nombre de cycles à rupture et de l'énergie de faute d'empilement (d'après [126])

Pour les polycristaux, on distingue en général deux stades de consolidation : un stade initial d'évolution rapide de la contrainte (appelé stade d'accommodation) puis un stade de saturation où la contrainte reste quasiment constante.

Contrairement aux monocristaux de 316L orientés pour le glissement simple, le durcissement cyclique des polycristaux de 316L apparaît dès le début du cyclage (figure I.3.1.c et d). Des glissements multiples sont immédiatement activés. Le durcissement est plus fort que celui des monocristaux en raison des interactions entre systèmes de glissement différents. Ces interactions sont d'autant plus intenses que le niveau de déformation est élevé.

Le durcissement qui apparaît lors de la période d'accommodation est essentiellement dû à un phénomène de multiplication des défauts [129,130,131]. Le cyclage amène les dislocations à s'accumuler dans des écheveaux et des murs sensiblement rectilignes d'orientation $\{111\}$, sous l'effet de mécanismes locaux de blocage. Le piégeage des dislocations mobiles dans ces murs provoque l'activation de nouvelles sources. Une augmentation de la densité de dislocations et du nombre de systèmes de glissement activés en résulte. La sous-structure évolue alors très rapidement vers une structure cellulaire qui est atteinte très tôt dans certains grains [117].

Lorsque la contrainte est stabilisée, la structure essentiellement cellulaire (beaucoup plus parfaite qu'en traction [123]) n'évolue quasiment plus jusqu'à rupture. Les résultats laissent à penser que la stabilisation de la contrainte ne peut être obtenue qu'en présence d'une structure cellulaire, cette structure coïncidant avec l'apparition du glissement dévié.

Les sous-structures stabilisées varient pourtant avec le niveau de déformation appliqué et avec la température de l'essai.

Quand la déformation et la contrainte diminuent, la taille des cellules et l'espacement des murs augmentent. La fréquence des arrangements plans augmente, au détriment de celle des arrangements cellulaires. Les cellules de dislocations n'apparaissent même plus à faible déformation. La densité de dislocations mobiles diminue tandis que celle des boucles et débris augmente [121].

De même, quand la température augmente, la densité des dislocations mobiles diminue et celle des boucles et débris augmente. Les murs et les parois des cellules se perfectionnent. Les cellules, pareillement orientées à température ambiante, se désorientent progressivement, leur taille et l'espacement des murs augmentent ([121] sur le 316L, [120] sur le 316). A 816°C, le 316 fatigué présente, outre la formation de cellules, une structure de sous-grains de faible désorientation. Le degré de restauration augmente lorsque la température croît, et lorsque la déformation ou la vitesse de déformation diminue [120].

Il existe une corrélation du type :

$$\bar{d} = K_1 \sigma_a^{-p}$$

entre la dimension moyenne des cellules \bar{d} , et l'amplitude de contrainte stabilisée σ_a , où p est une constante qui augmente avec la température (pour le 316L [121] $p = 0,6$ à 20°C; $p = 1,9$ à 600°C).

d - Interactions écrouissage - fatigue dans les 316-316L

A température ambiante, Donadille et al. [123] montrent que les mécanismes de déformation du 316L en sollicitations monotones d'une part, et en fatigue plastique d'autre part, sont similaires à des niveaux de déforma-

tion différents. Le domaine de déformation monotone $\pm 10\%$ correspond au domaine de déformation cyclique $\pm 3\%$. Dans le premier cas les mécanismes sont des glissements de dislocations parfaites ou partielles, accompagnés d'une augmentation de la densité de dislocations jusqu'à un arrangement en cellules. Dans le second cas, un à trois systèmes de maclage sont activés dans une structure progressivement cellulaire. L'apparition du maclage correspond à une contrainte macroscopique de 500 MPa.

Challenger et Moteff [120] comparent les sous-structures de fatigue et de fluage des aciers 304 et 316 entre 430 et 816°C. A haute température ($T > 0,6 T_M$) les mécanismes de déformation sont similaires à savoir la formation de cellules et de sous-grains. En revanche aux températures intermédiaires, ($0,4 T_M < T < 0,6 T_M$) les sous-structures obtenues sont différentes. Les mécanismes de déformation sont alors très sensibles à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$: à faible $\dot{\epsilon}$ (en fluage) les mécanismes fonction du temps prédominent (montée des dislocations) et la précipitation entrave la formation de cellules et de sous-grains; à fort $\dot{\epsilon}$ (en fatigue), le glissement dévié est très actif et une structure cellulaire apparaît très vite, avant toute précipitation. Aucun maclage ne se manifeste à ces températures.

L'existence du maclage comme mode de déformation possible des aciers type 316-316L à température ambiante explique pourquoi l'"Effet Mémoire" (c'est-à-dire l'effet de l'histoire mécanique antérieure sur le comportement du matériau), bien qu'existant à toute température, diminue lorsque la température augmente. L'importance de l'effet mémoire que présente le 316L à température ambiante est fonction de la contrainte maximale atteinte [123] et/ou de l'importance de la déformation plastique maximale [132]. L'effet d'interactions écrouissage - fatigue se traduit par un niveau de contrainte stabilisée en fatigue accru par l'écrouissage antérieur [133]. Cette observation

a conduit Chaboche et al. à prendre en compte l'effet mémoire par l'introduction de la déformation plastique maximale appliquée dans leur loi d'endommagement par fatigue [133].

De manière classique, un fort écrouissage préalable appliqué à un acier 316-316L amène un adoucissement cyclique à fort niveau de déformation imposé en fatigue [134,135]. Un écrouissage plus modéré entraîne une stabilisation de la contrainte dès le second cycle [132,134]. Plumbridge et al. [134] montrent qu'un écrouissage préalable rend l'acier 316 très résistant aux changements microstructuraux induits par fatigue. Mais les contraintes stabilisées en fatigue sont toujours accrues par l'écrouissage préalable.

Lors d'essais à plusieurs niveaux de déformation, l'écrouissage cyclique initial mené jusqu'à stabilisation de la contrainte conduit aussi, lors du cyclage suivant, à une contrainte stabilisée plus élevée qu'en l'absence de précyclage. Cette manifestation de l'effet mémoire ne dépend pas de l'ordre d'application des niveaux de déformation [136].

Taupin [137] a étudié l'effet de surcharges uniques ou périodiques (facteurs 1,5 et 4 par rapport à l'amplitude de déformation du cyclage continu), sur le comportement en fatigue d'un acier 316L. Il montre l'existence d'une déconsolidation en sens inverse d'une surcharge unidirectionnelle (en traction ou en compression). En revanche la contrainte se restabilise immédiatement au niveau précédent dans le sens de la surcharge (figure I.3.3.).

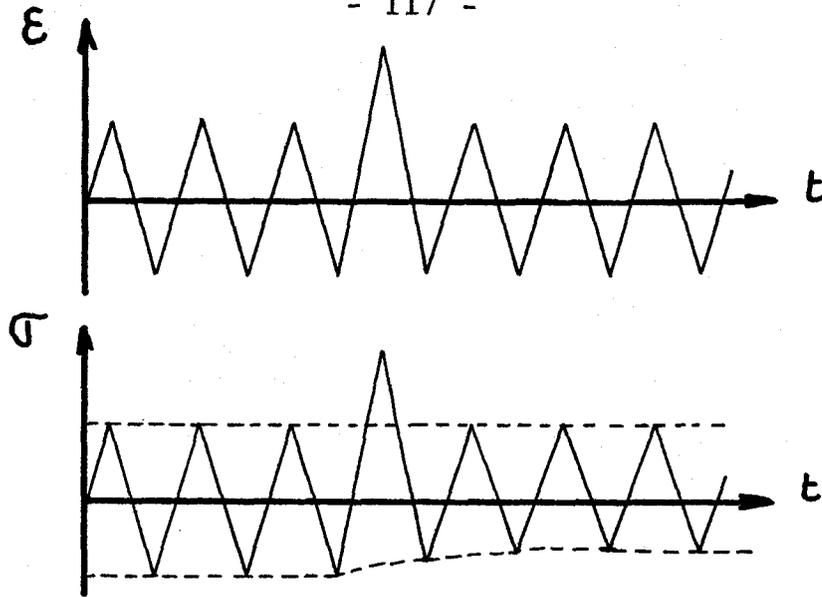


Figure I.3.3.

Schématisation de l'effet d'une surcharge, d'après les résultats de TAUPIN [137]

e - Courbes de consolidation cyclique

A la saturation, correspond la "Courbe d'écrouissage cyclique" $\sigma_a - \epsilon_{pa}$ que l'on peut comparer à la courbe de traction monotone. Pour le 316L à l'état hypere trempé, on observe (fig. I.3.4. a et b) à niveau de déformation suffisant un durcissement cyclique plus prononcé que le durcissement monotone, et à faible niveau de déformation, un adoucissement par rapport à l'écrouissage monotone. L'existence d'un effet mémoire, dans les aciers inoxydables austénitiques, rend difficile la définition d'une courbe d'écrouissage cyclique, puisqu'elle dépend alors fortement de l'histoire thermomécanique du matériau. Les méthodes de détermination avec une éprouvette par niveau, par paliers successifs ou par incréments sur une seule éprouvette [132,138] conduisent par exemple à des courbes différentes.

En revanche comme pour tous les métaux CFC, l'effet de la température et de la vitesse de déformation est assez limité. L'expression en loi puissance de la courbe d'écrouissage cyclique : $\sigma_a = K' \epsilon_{pa}^{n'}$ se caractérise par des constantes K' et n' qui diminuent quand la température et/ou l'écrouissage initial augmentent [134]. De même l'écart entre le durcissement cyclique et le durcissement

monotone diminue quand la température augmente [139]. Et comme en traction monotone, la contrainte à saturation montre une dépendance quasiment nulle vis-à-vis de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ à température ambiante et à 600°C, une dépendance négative à 450°C, où le phénomène Portevin - Le Châtelier se manifeste, et une dépendance positive à 700 et 800°C [140].

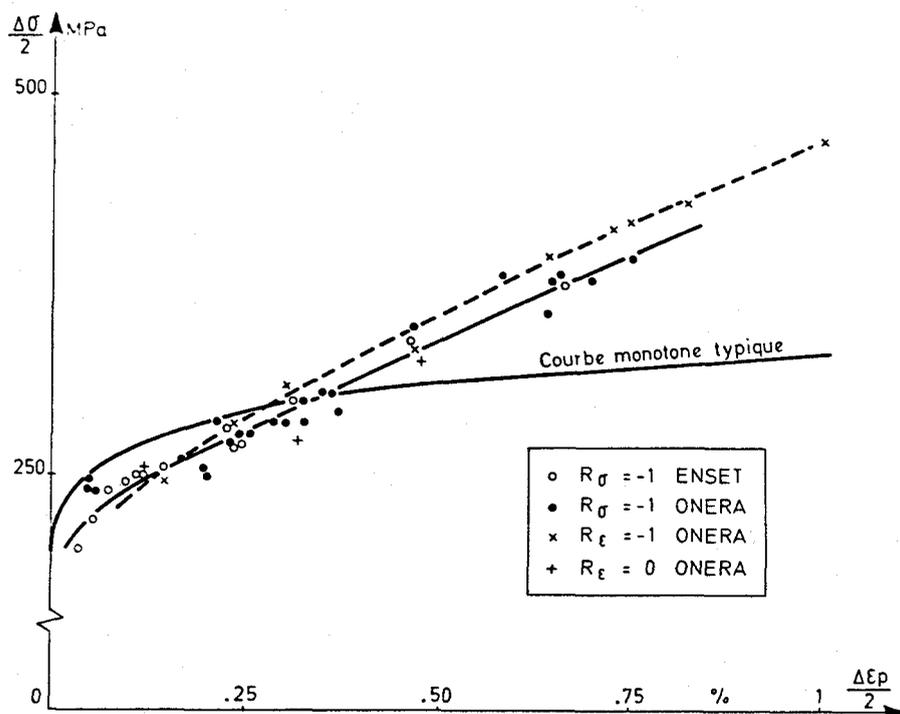


Figure I.3.4.a
(d'après [133])

Figure I.3.4.
Courbes de consolidation monotone et cyclique
d'aciers type 316 à température ambiante

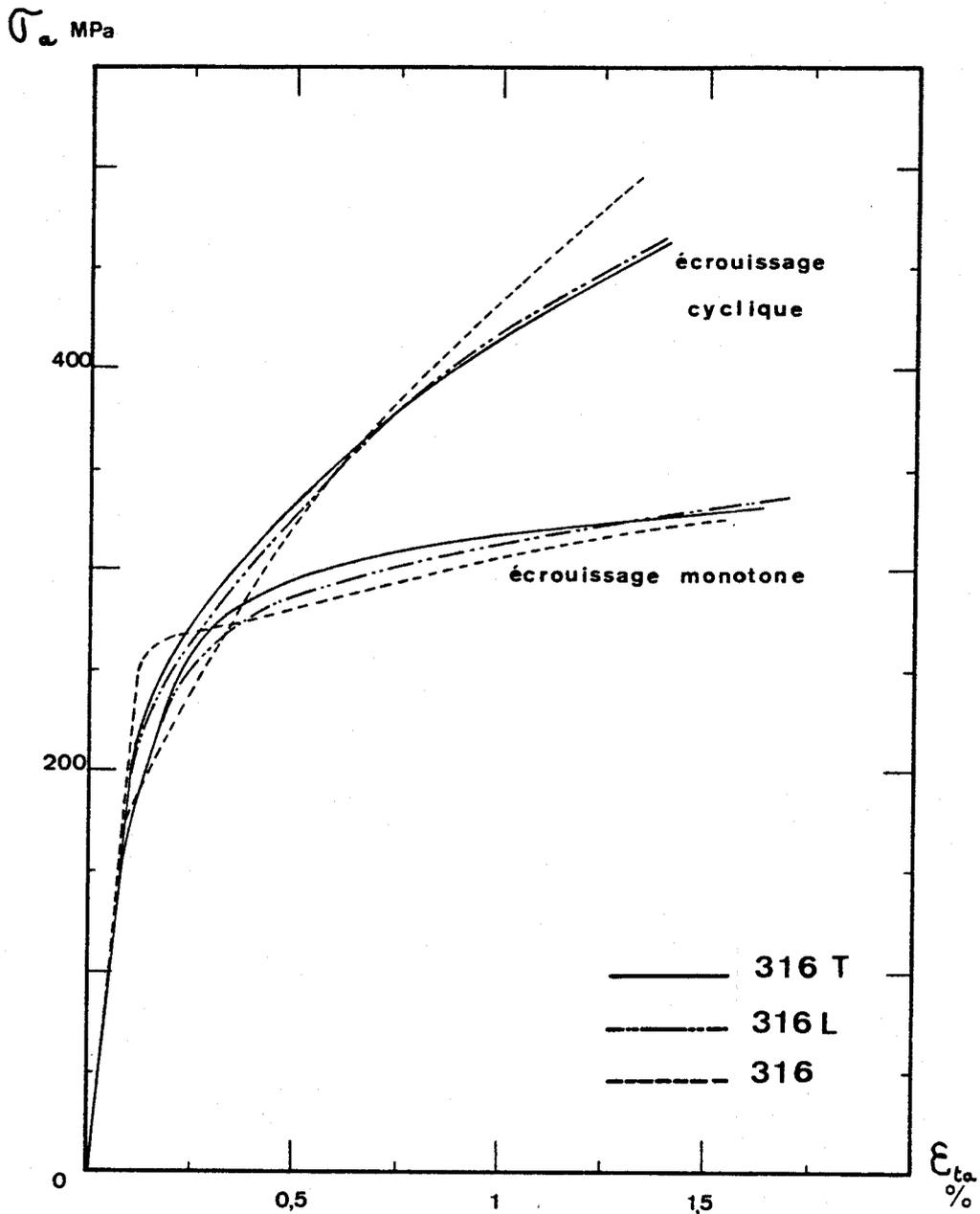


Figure I.3.4.b
(d'après notre étude)



f - Effet Rochet

Lors d'essais de fatigue oligocyclique à déformation imposée, l'acier 316L durcit cycliquement jusqu'à stabilisation de la contrainte. Mais "l'accommodation

plastique" n'est pas toujours atteinte lors d'un chargement cyclique sous contrainte moyenne non nulle; on dit alors que le matériau présente de la déformation progressive (voir figure I.3.5) appelée encore "Effet Rochet". Il s'agit d'un phénomène de fluage cyclique (ou viscoplasticité cyclique) qui apparaît dans le 316L, à température ambiante comme à haute température. Il est effectivement connu que le 316L flue même à température ambiante [141].

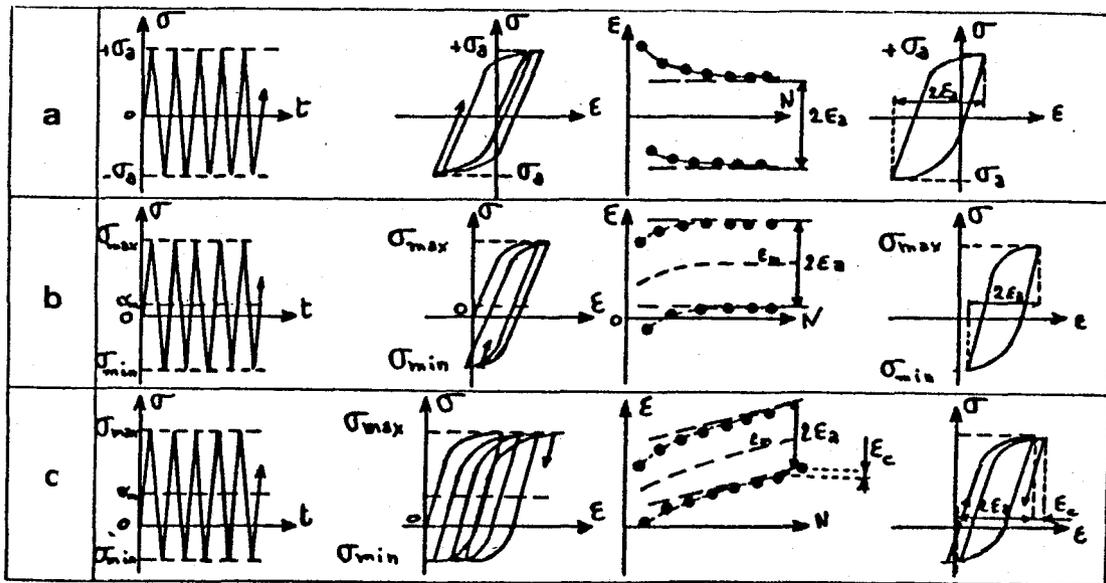


Figure I.3.5

Types d'essais permettant de mettre en évidence
le phénomène de déformation progressive

a et b : Mise en évidence d'une "accommodation plastique"

c : Mise en évidence d'une "déformation progressive"

(d'après [142])



Pelissier-Tanon et al. [142] ont étudié la résistance d'un acier 316L à la déformation progressive à 20°C et 320°C. La limite d'accommodation plastique à 20°C est définie par :

$$\sigma_a + \sigma_m = \sigma_{\max} = 350 \text{ MPa} \quad *$$

quel que soit le type d'essai utilisé : essais à contrainte moyenne constante et contraintes alternées croissantes par paliers, ou essais à contraintes alternées constantes et contrainte moyenne croissante par paliers (Figure I.3.6). En revanche, la limite d'accommodation plastique à 320°C est définie par :

$$\sigma_a = 230 \text{ MPa}$$

aux contraintes moyennes supérieures à 50 MPa (Figure I.3.7). Enfin si un cyclage à 320°C a conduit à l'accommodation plastique, cette capacité d'accommodation est conservée lors d'un cyclage ultérieur à 20°C (figure I.3.8).

Nomine et al. [143] analysent les allongements cumulés en N cycles lors d'essais à contraintes imposées en traction pure ($R_\sigma = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} = 0,1$) à température ambiante, sur un acier 316L. La contrainte maximale appliquée R_x désigne la contrainte nécessaire pour atteindre la déformation plastique x (exprimée en vraie grandeur) en traction monotone. L'allongement cumulé en N cycles passe par un maximum en fonction de la contrainte maximale appliquée (figure I.3.9). Il redevient très faible à forte contrainte maximale (ou forte déformation plastique initiale). La contrainte correspondant au maximum d'allongement cumulé diminue lorsque la fréquence de l'essai augmente. La déformation plastique cumulée en N cycles semble plus ou moins se stabiliser après environ 1000 cycles, excepté à fort niveau initial de contrainte. Les auteurs estiment la limite d'accommodation à $0,7.R_{0,002}$ [143].

* σ_a est l'amplitude de contrainte et σ_m la contrainte moyenne appliquées.

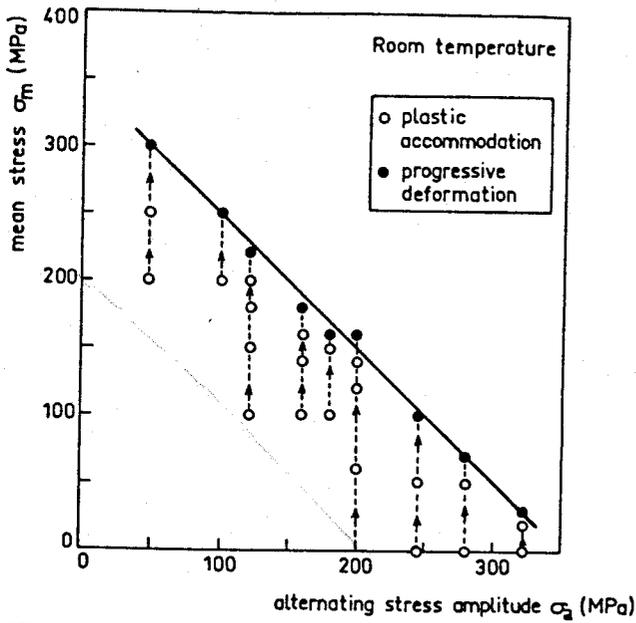


Figure I.3.6
Limite d'accommodation plastique
du 316L à température ambiante
(d'après [142])

Figure I.3.7
Limite d'accommodation plastique
du 316L à 320°C (d'après [142])

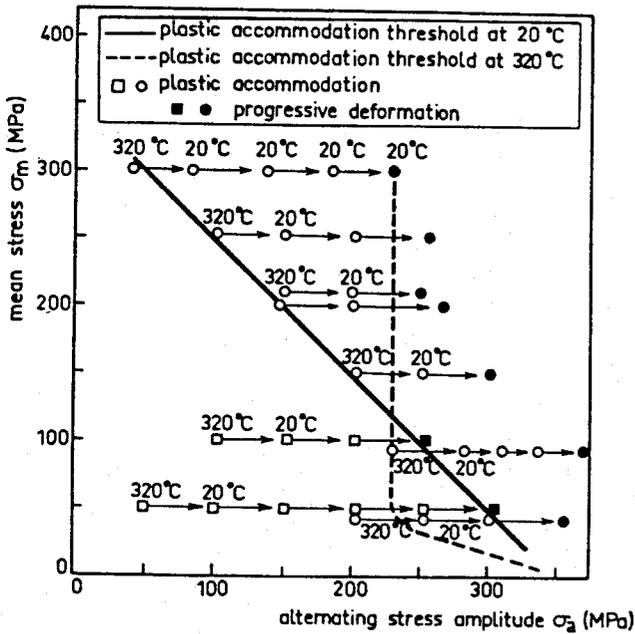
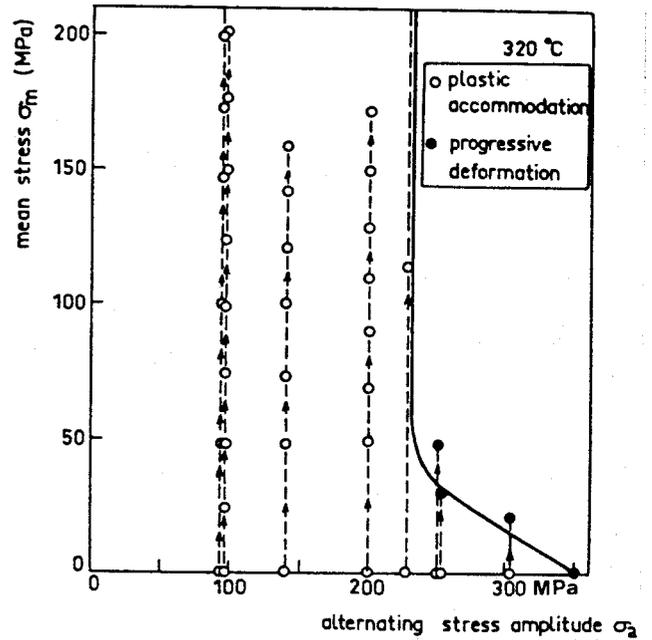


Figure I.3.8
Influence d'un précyclage à 320°C sur
la limite d'accommodation plastique
du 316L à température ambiante
(d'après [142])



Les flèches indiquent la séquence des essais

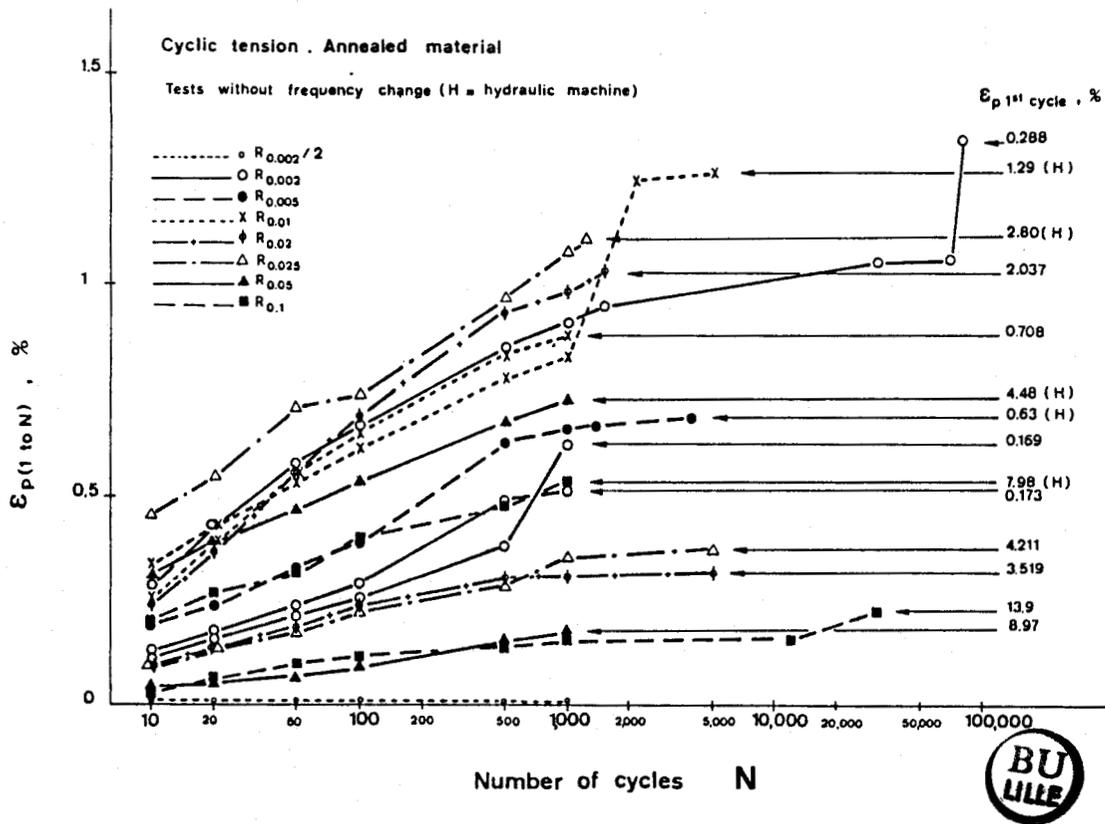


Figure I.3.9
 Allongement cumulé en N cycles pour diverses déformations
 plastiques initiales
 (d'après [143])

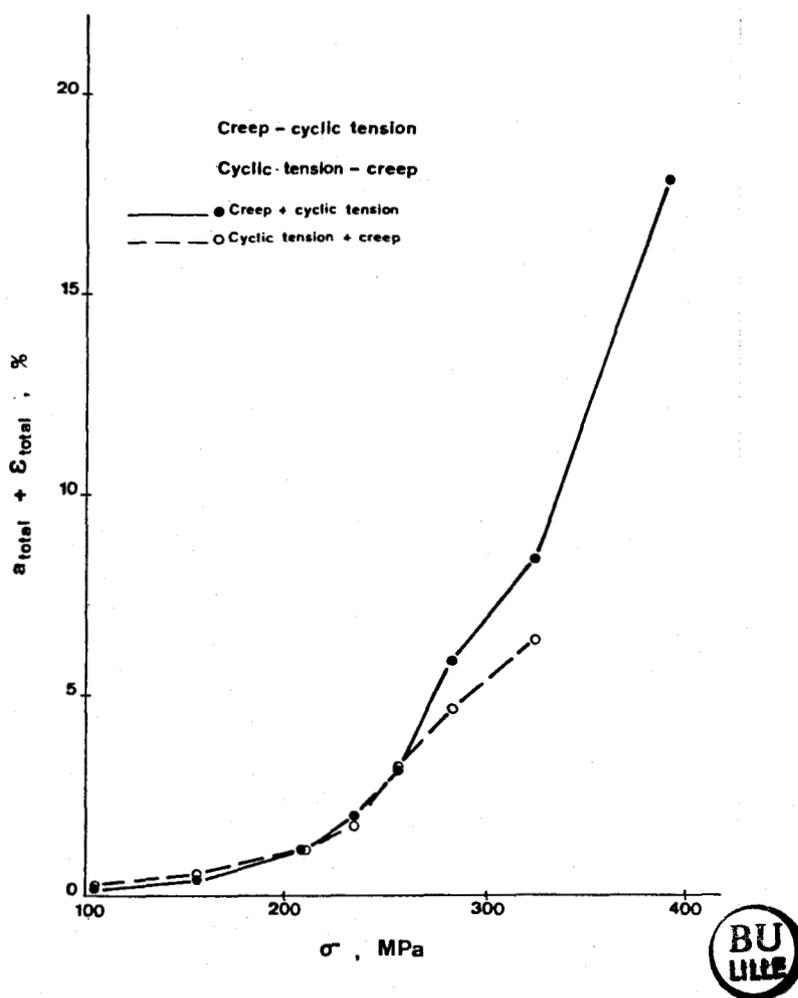


Figure I.3.10

Allongement total sous essais séquentiels de fluage suivi de fluage cyclique et de fluage cyclique suivi de fluage

a_{total} = allongement plastique après 1000 h de fluage

ϵ_{total} = déformation plastique cumulée après 1000 cycles de fluage cyclique

(d'après [143])

Ils ont d'autre part mené des essais combinés de fluage suivi de fluage cyclique et inversement de fluage cyclique suivi de fluage. Ils montrent que l'ordre des séquences intervient peu sur la déformation plastique cumulée en 1000 cycles et 1000 h de fluage, jusqu'à la contrainte $R_{0,01}$ (= 256 MPa). Au delà, la séquence fluage cyclique - fluage présente un allongement plus faible (figure I.3.10) attribué à l'effet bénéfique de l'écroutissage cyclique sur le fluage ultérieur.

g - Conclusions

Les configurations de dislocations obtenues sur les aciers 316 - 316L fatigués plastiquement, sont définies par le domaine des faibles EFE ($\approx 30 \text{ mJ/m}^2$) et des faibles durées de vie sur les diagrammes de Lukas et Klesnil (figures I.3.2.a et b [126]). Les structures caractéristiques de la fatigue plastique de ces aciers sont essentiellement les structures cellulaires. Elles ne changent pas fondamentalement avec la température, comme le montre le diagramme de Feltner et Laird (figure I.3.11 [130]).

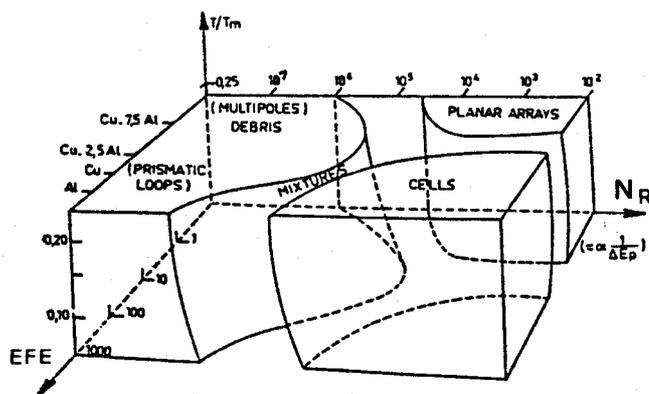


Figure I.3.11
Diagramme de Feltner et Laird [130]

I.3.2.2. Durées de vie en fatigue oligocyclique

La durée de vie d'une structure en fatigue est constituée d'une phase d'amorçage suivie d'une phase de propagation de fissures. Le stade de propagation couvre une proportion d'autant plus grande de la durée de vie N_R que N_R est faible. Néanmoins la transition entre les deux phases ne peut être parfaitement définie, la notion d'amorçage étant fonction des critères employés. Il est couramment admis dans les essais de fatigue oligocyclique que la phase d'amorçage dure pendant la période d'accommodation et la longue période de stabilité de la contrainte. La phase de propagation ne couvre que la période de chute finale de la contrainte avant rupture, qui correspond à la propagation d'une ou deux fissures macroscopiques.

a - Effet de la température sur la durée de vie

Aux températures inférieures à 600°C, les aciers type 316 présentent une limite d'endurance σ_D . Une augmentation de la température est bénéfique pour la limite d'endurance. Elle est en revanche défavorable à la résistance à la fatigue oligocyclique de ces aciers.

Des essais de flexion rotative sur aciers 316 à 20 - 400 - 500 - 600 - 700°C [144] montrent clairement l'existence, aux températures comprises entre 20 et 600°C, d'une limite d'endurance supérieure à la limite d'élasticité ($\sigma_D \approx 1,2$ à $1,7 R_{e0,002}$ entre 400 et 600°C). Jaske et Frey [145] confirment ces résultats par cyclage en traction - compression d'un acier 316 hypere trempé, en déformations comme en contraintes imposées. Ils montrent qu'à bas niveau de déformation ($N_R \approx 10^6 - 10^8$ cycles), la résistance à la fatigue est minimale à 20°C, et passe par un maximum vers 400°C (figure I.3.12). A température ambiante, la résistance à la fatigue à 10^8 cycles est la même, que l'essai se déroule à déformations ou à contraintes impo-

sées. En revanche aux températures supérieures à 427°C, la résistance à la fatigue en déformation contrôlée excède de 20 % la résistance en contrainte contrôlée. Cette propriété est attribuée à l'effet bénéfique du durcissement cyclique qui apparaît en déformation imposée.

Les durées de vie en fatigue oligocyclique ($N_R \leq 10^5$ cycles) des aciers type 316 initialement hypere trempés diminuent quand la température augmente (figures I.3.12 et I.3.13) [121,134,140,145,146,147].

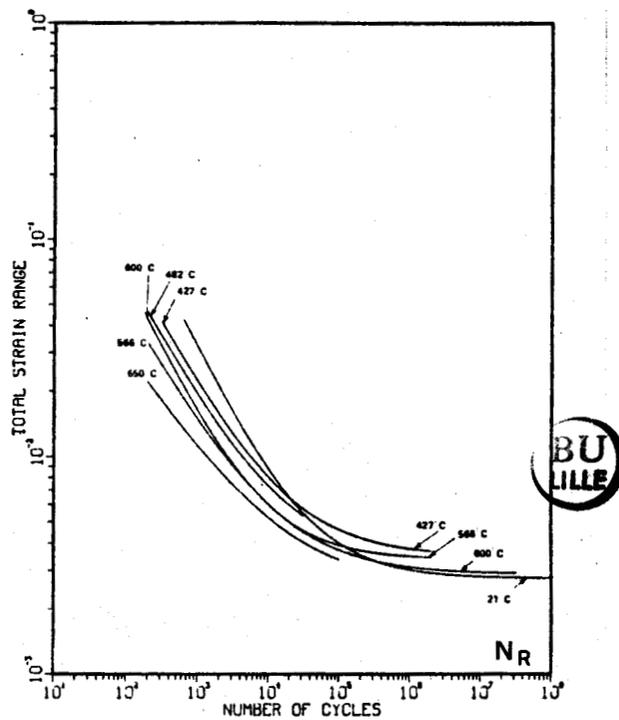


Figure I.3.12
Courbes de résistance à la fatigue de l'acier 316
à différentes températures
(d'après [145])

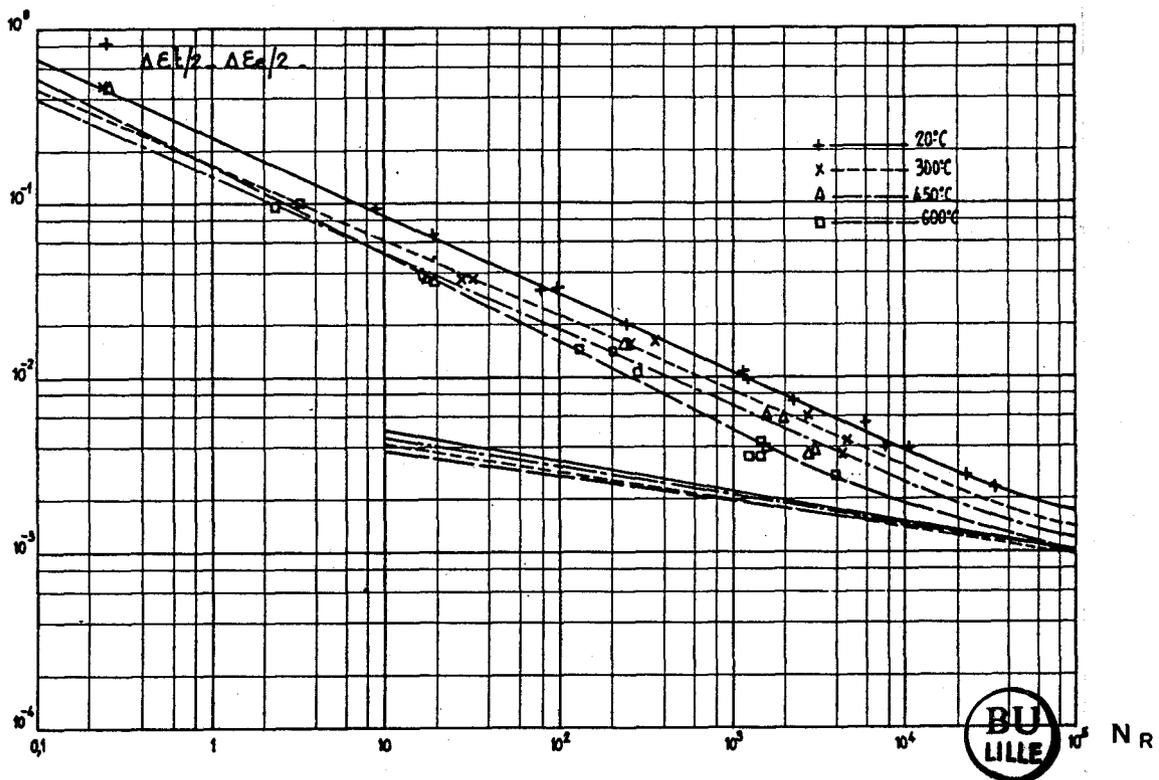


Figure I.3.13
Courbes de Manson-Coffin de l'acier 316L
Déformations totales et élastiques
(d'après [121])

D'une manière générale, la réduction des durées de vie quand la température augmente est attribuée à la fissuration intergranulaire. Cette interprétation ne s'applique pourtant pas aux résultats expérimentaux

sur les aciers type 316. Jusqu'à 600°C, le mode de propagation dans les aciers 316 - 316L hypertrempés est purement transgranulaire à stries et la rupture finale au dernier quart de cycle purement transgranulaire ductile à cupules, du moins dans le domaine des vitesses de déformation où le fluage n'intervient pas. Et surtout, C. Gorlier [122] a observé la même forte perte de résistance avec la température, dans les monocristaux de 316L où seuls les paramètres de microstructure et d'environnement peuvent influencer sur la propagation. Furuya et al. [148] avaient déjà suggéré le rôle de l'environnement en montrant que la réduction de durée de vie d'un acier 316 polycristallin hypertrempé est beaucoup plus faible dans le vide que dans l'air.

Ces résultats semblent prouver que la diminution de résistance avec la température doit être au moins en partie attribuée à l'effet combiné de la température et de l'environnement. Cet effet peut a priori jouer tant sur la phase d'amorçage que sur la phase de propagation. La fissuration intergranulaire n'apparaît dans les polycristaux de 316 qu'en présence d'une précipitation intergranulaire et/ou d'un certain degré de fluage [146, 148, 149].

b - Effet de la vitesse de déformation sur la durée de vie

Les durées de vie en fatigue oligocyclique des aciers type 316 diminuent, globalement, quand la vitesse de déformation diminue [139, 140, 145, 149, 150]. Cette perte de résistance est négligeable à température ambiante. Elle passe par un niveau maximum à 600°C pour redevenir faible à 700°C [140].

Yamaguchi et al. [150] montrent que la durée de vie de l'acier 316 à 600°C est en fait une fonction décroissante de la durée de la composante de traction du cycle, quelle que soit sa forme.

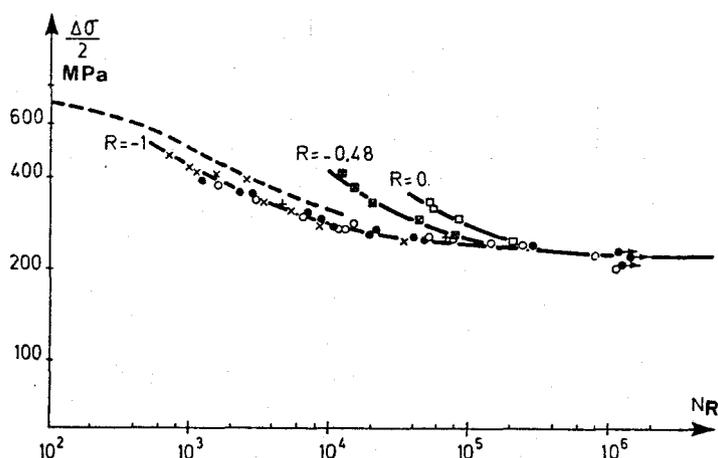
La réduction de ϵ° entraîne l'apparition d'un mode de fissuration intergranulaire, tant sous air que sous argon [151].

Les phénomènes incriminés sont essentiellement des phénomènes d'interactions fatigue - fluage (voir § I.3.2) et d'interactions propagation - environnement.

c - Effet d'une contrainte moyenne et d'un précrouissage

A température ambiante, les résultats expérimentaux s'accordent pour mettre en évidence l'effet bénéfique d'une contrainte moyenne et d'un précrouissage (tant monotone que cyclique), sur la résistance à la fatigue oligocyclique d'aciers type 316 [133, 134, 135].

Chaboche et al. [133] montrent qu'à même variation de contrainte imposée, les durées de vie de l'acier 316L hypertrempé augmentent avec le niveau de contrainte moyenne. Les courbes de Wöhler en contraintes alternées, répétées et ondulées se placent respectivement dans l'ordre croissant (figure I.3.14), contrairement à la plupart des résultats sur d'autres matériaux.



Contrôle en:	Contrainte	● $R_{\sigma} = -1$ □ $R_{\sigma} = -0,48$ ○ $R_{\sigma} = 0$	ONERA
	Déformation	× $R_{\epsilon} = -1$ + $R_{\epsilon} = 0$ --- $R_{\epsilon} = -1$	ONERA UTC

Figure I.3.14
Courbes de Wöhler de l'acier 316L à 20°C
(d'après [133])

A plus haute température, l'effet d'une contrainte moyenne se traduit par des phénomènes d'interactions fatigue - fluage (cf. §.I.3.2).

Les résultats relatifs à l'influence d'un pré-écrouissage sur les durées de vie en fatigue oligocyclique semblent a priori divergents.

Lors d'essais à contraintes imposées, Chaboche et al. [133] montrent que, lorsque la déformation monotone préalable augmente, la déformation plastique stabilisée décroît et tend vers une asymptote (figure I.3.15). En revanche les durées de vie augmentent continûment (figure I.3.16).

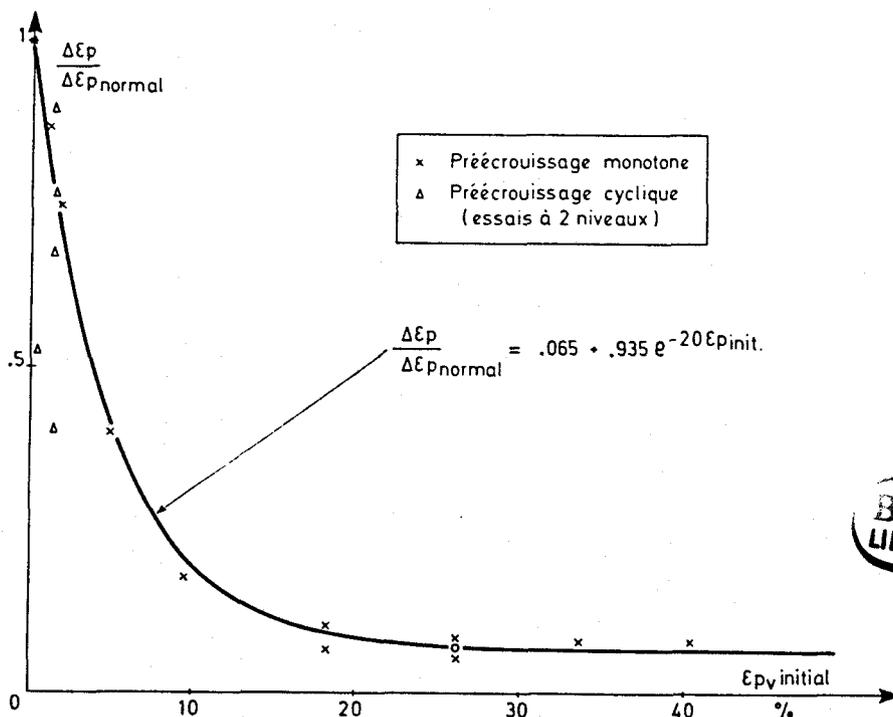


Figure I.3.15

Influence de l'écrouissage initial sur l'amplitude de déformation plastique au cycle stabilisé (d'après [133])

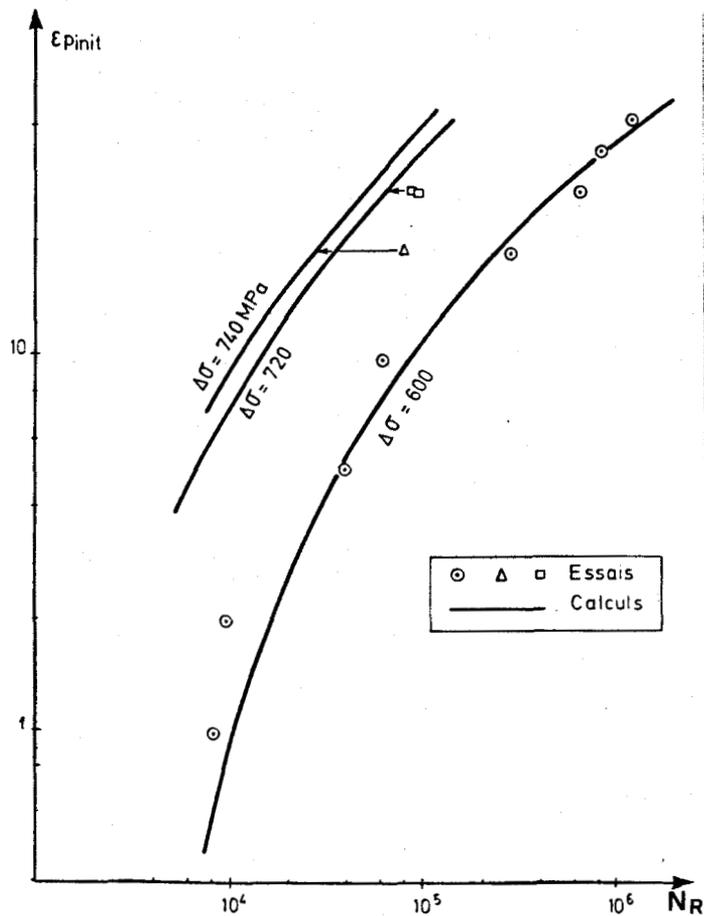


Figure I.3.16
Influence de l'érouissage initial sur la durée de vie
en fatigue à contrainte imposée
(d'après [133])



Lors d'essais en déformations imposées Plumbridge et al. [134] obtiennent sur le 316 des durées de vie réduites par un érouissage préalable de 40 %, tant à 20°C qu'à 600°C.

Ces résultats divergent si l'on raisonne à même variation de déformation totale. En revanche ils concordent si l'on raisonne à même variation de déformation plastique [134]. Manjoine et al. [135] confirment l'effet bénéfique

de l'interaction écrouissage - fatigue dans les aciers type 316, en fatigue conventionnelle ($N_R 10^8$ cycles). Ils montrent que, lors d'essais à température ambiante en contraintes imposées, les durées de vie d'un acier 316 préalablement écroui de 20 % sont accrues de 40 % par rapport à celles du même acier simplement hypere trempé.

d - Effet de la composition, de la taille de grain et du traitement thermique

Il semble que la composition des aciers inoxydables austénitiques stables de la série 300 ait peu d'influence sur leur comportement en fatigue plastique [134, 149] du moins aux températures et vitesses de déformation où la restauration n'intervient pas. Nous verrons cependant que l'effet de l'azote est important.

Yamaguchi et al. [149] montrent qu'en l'absence de restauration - c'est-à-dire à 600°C, quelle que soit la vitesse de déformation et à 700°C à forte vitesse - les comportements des aciers 304 - 310 - 316 - 321 - 347 (cf. Tableau I.1.1) en fatigue plastique sont semblables. En revanche dans les conditions où la restauration peut intervenir - c'est-à-dire à 700°C et à faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 6,7 \cdot 10^{-5} s^{-1}$) - il faut discerner le comportement des aciers stabilisés au Ti ou au Nb (aciers 321 et 347 respectivement) de celui des aciers non stabilisés. A 700°C, les aciers stabilisés présentent une forte réduction de durée de vie lorsque la vitesse de déformation diminue. Leur perte de résistance est due au fort durcissement de la matrice par précipitation et à la concentration de la déformation au niveau du joint, qui conduisent à une rupture intergranulaire. En revanche, les aciers non stabilisés montrent peu de variation de résistance à la fatigue avec la vitesse de déformation. Leur durcissement cyclique est plus modéré, les glissements trans- et intergranulaires sont aisés; la rupture est de type mixte. L'apparition d'un phénomène

de restauration dans les aciers non stabilisés joue un rôle bénéfique sur la résistance à la fatigue à haute température et faible vitesse de déformation, en particulier dans les aciers type 316 [149].

L'augmentation de la taille de grain ne fait qu'accélérer la transition du mode de rupture transgranulaire au mode intergranulaire, dans les conditions où le fluage et la rupture par décohésions aux joints triples interviennent [149].

L'influence d'un vieillissement préalable, sur les durées de vie en fatigue d'un acier 316 dépend de la taille et de la répartition des précipités qu'il a créés. Un vieillissement de 1000 h à la température d'essai augmente légèrement les durées de vie d'un acier 316 aux températures de 566 et 649°C [147], tandis qu'un vieillissement de 1000 h à 538 et 593°C n'influe pas sur les durées de vie à 427° et à 538°C respectivement [145]. Plumbridge et al. [145] trouvent également qu'un vieillissement à température inférieure à 650°C ne modifie pas la résistance à la fatigue d'un acier 316 tant à 20 qu'à 600°C. En revanche, un vieillissement de 5 h à 950°C réduit fortement sa durée de vie à température ambiante. Comme nous le constatons l'effet de la durée et de la température de vieillissement est assez complexe .

Driver [152] étudie l'effet de la précipitation intergranulaire de carbures sur la résistance à la fatigue à 600 - 700 - 800°C des aciers type 316 avec et sans Carbone (0,051 et 0,004 % respectivement). Il montre que la présence de Carbone améliore fortement la résistance à la fatigue aux températures considérées (figure I.3.17), grâce à la précipitation intergranulaire de carbures $M_{23}C_6$. En l'absence de précipités, les joints de grains

glissent aisément et la rupture intergranulaire apparaît dès 600°C. En revanche la précipitation intergranulaire de carbures inhibe le glissement et la migration des joints; la température de transition du mode de rupture transgranulaire au mode intergranulaire est repoussée vers les plus hautes températures, améliorant ainsi les durées de vie en fatigue oligocyclique.

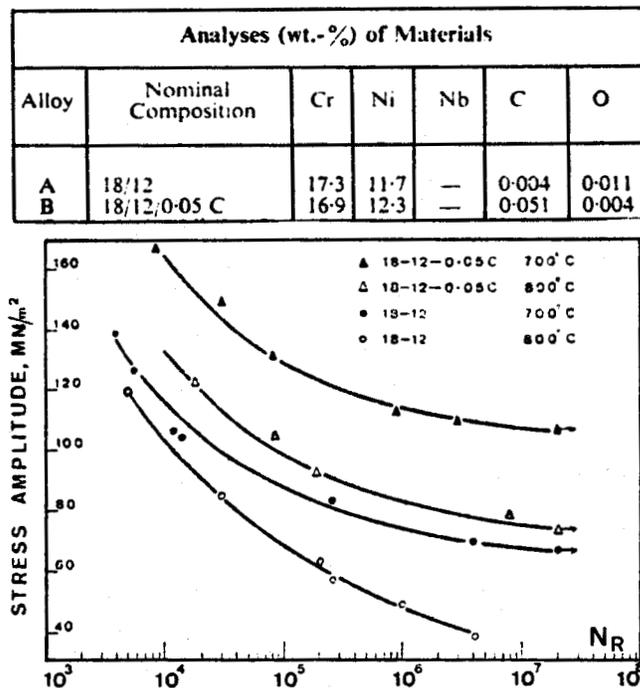


Figure 1.3.17
 Courbes de Wöhler des aciers 18/12 et 18/12/0,05 C
 à 700 et 800°C
 (d'après [152])

En conclusion, la meilleure résistance à la fatigue des aciers 316 vieillis semble devoir être attribuée à la présence de carbures intergranulaires qui bloquent le glissement des joints [152, 153]. Cette conclusion grossière doit cependant être précisée par la prise en considération de la taille et de l'espacement des précipités, comme dans le cas du fluage (§ 1.2.4.1.).

I.3.3. INTERACTIONS FATIGUE-FLUAGE DANS LES ACIERS 316-316L

Lors d'un essai de fatigue mené à haute température et de durée suffisante, des phénomènes de précipitation, de déformation par fluage et d'oxydation peuvent intervenir et modifier le comportement des matériaux. C'est le cas en particulier d'essais à température $T > 0,3 T_M$ (T_M température absolue de fusion), avec de faibles vitesses de déformation, et d'essais avec temps de maintien.

Dans tous les cas, et en particulier pour les aciers type 316, les essais permettant de mettre en évidence les phénomènes d'interaction fatigue - fluage sont, soit des essais de fatigue continue à faibles vitesses de déformation [139, 140, 145, 149, 150 et 151]; soit des essais de "fluage cyclique" à contraintes imposées, en général à contrainte moyenne non nulle [142, 143]; soit des essais de fatigue - relaxation, c'est-à-dire à déformation imposée avec temps de maintien à la déformation maximale de traction [147, 153 à 160] sur aciers 316, [161 à 169] sur aciers 316L. Nous avons vu précédemment l'effet de la vitesse de déformation en fatigue continue (§ I.3.1.2.b), le comportement en fluage cyclique (§ I.3.1.1.f), et parlerons par conséquent ici des résultats obtenus en fatigue - relaxation.

Il a été montré, en particulier par Jaske et al. [147], que seule l'introduction d'un temps de maintien en traction est endommageante en fatigue. Min et Raj [157] trouvent même que l'introduction d'un temps de maintien en compression peut être bénéfique; le dommage de fluage par germination de cavités intergranulaires est alors réversible par un mécanisme de diffusion au cours de la compression.

I.3.3.1. Ecrouissage cyclique en fatigue - relaxation

L'introduction d'un temps de maintien à la déformation maximale de traction, à chaque cycle, amène une relaxation de contrainte d'autant plus importante que la durée du maintien t_M et la déformation imposée sont importantes [167]. La consolidation cyclique du matériau, définie au pic de contrainte du cycle stabilisé, est légèrement supérieure à celle obtenue en fatigue continue, à 550°C pour des temps de maintien $t_M < 30$ mn et à 600°C pour $t_M < 10$ mn. Au delà, on constate une décroissance de la consolidation, par rapport à la fatigue continue ([169], figure I.3.18). L'intensité de la relaxation augmente au cours du durcissement initial, et se stabilise en même temps que la contrainte maximale; elle augmente d'autre part avec la température : elle est très faible et se sature rapidement avec t_M à 550°C; en revanche elle est très forte et ne semble pas se stabiliser à 600°C, tandis qu'elle se sature à 650°C ([165], figure I.3.19). Cette stabilisation est sans doute due à la précipitation intragranulaire des carbures essentiellement qui deviendrait vite suffisamment dense à 650°C pour pouvoir durcir l'alliage. A 600°C, la précipitation intragranulaire est négligeable, et rien ne s'oppose à une relaxation continue.

I.3.3.2. Durées de vie en fatigue - relaxation

Les comportements d'écrouissage cyclique et de relaxation expliquent les durées de vie obtenues en fatigue - relaxation. L'endommagement par interactions fatigue - fluage se traduit en général par une réduction de la durée de vie en nombre de cycles.

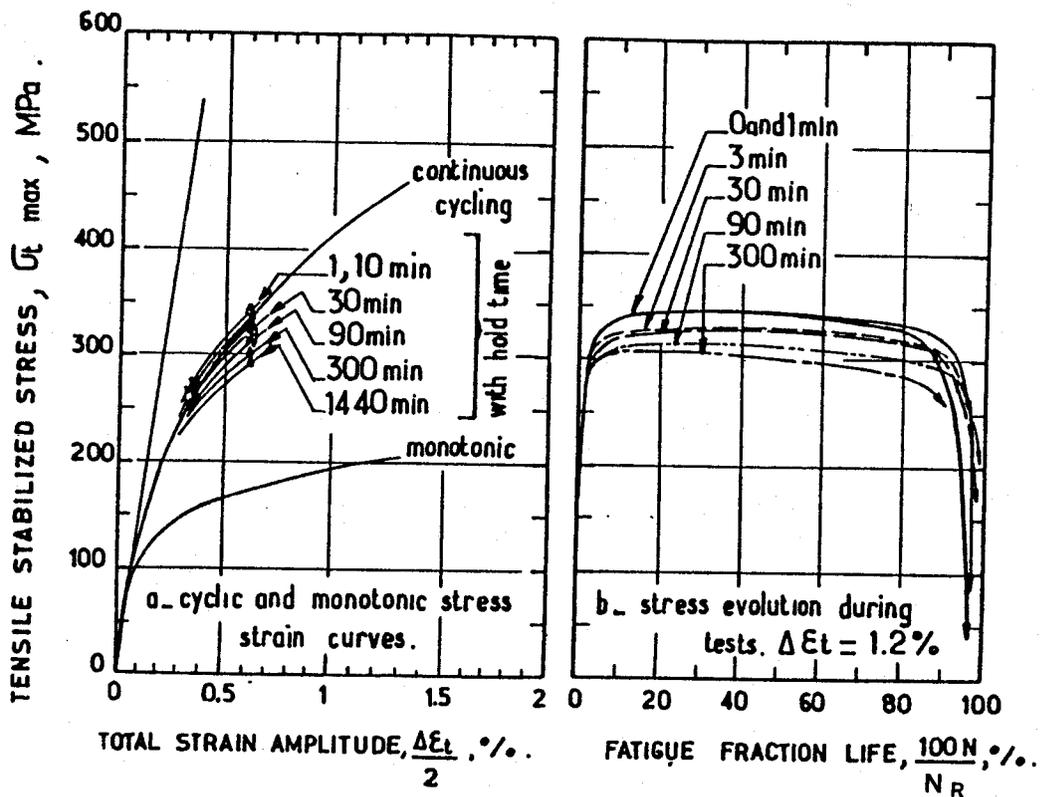


Figure I.3.18

Effet d'un temps de maintien sur la consolidation cyclique de l'acier 316L à 600°C (d'après [169])

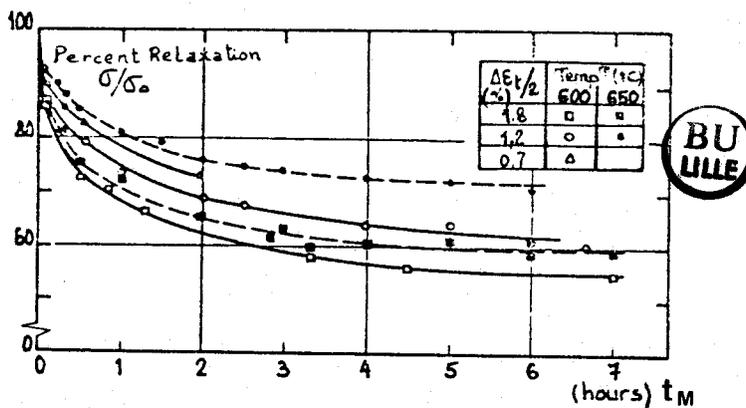


Figure I.3.19

Courbes de relaxation de contrainte cyclique normalisées (σ_0 = amplitude de contrainte initiale en traction) (d'après [165])

A 600, 650 et 700°C, le nombre de cycles à rupture N_R des aciers 316 et 316L soumis à de la fatigue - relaxation, diminue continûment avec la durée t_M du temps de maintien en traction [147, 157, 158, 162, 164, 165, 167, 168, 169] (figure I.3.20) avec néanmoins une augmentation du temps à rupture avec t_M [162]. Petrequin et al. [167, 169] représentent cette perte de résistance dans le 316L par l'évolution du rapport $F_R = N_{R,t_M} / N_{R,t_M=0}$ en fonction de t_M , à température et niveau de déformation imposés donnés (figure I.3.21). Leurs résultats montrent qu'à 550°C et à courts temps de maintien ($t_M < 10$ mn), le nombre de cycles à rupture augmente avec l'introduction du maintien, l'effet étant maximum à bas niveau de déformation. Au delà et aux températures $T > 600^\circ\text{C}$ la décroissance est effectivement continue, n'apparaissant parfois qu'après un temps de maintien minimum qui augmente avec le niveau de déformation (figures I.3.21 et 22).

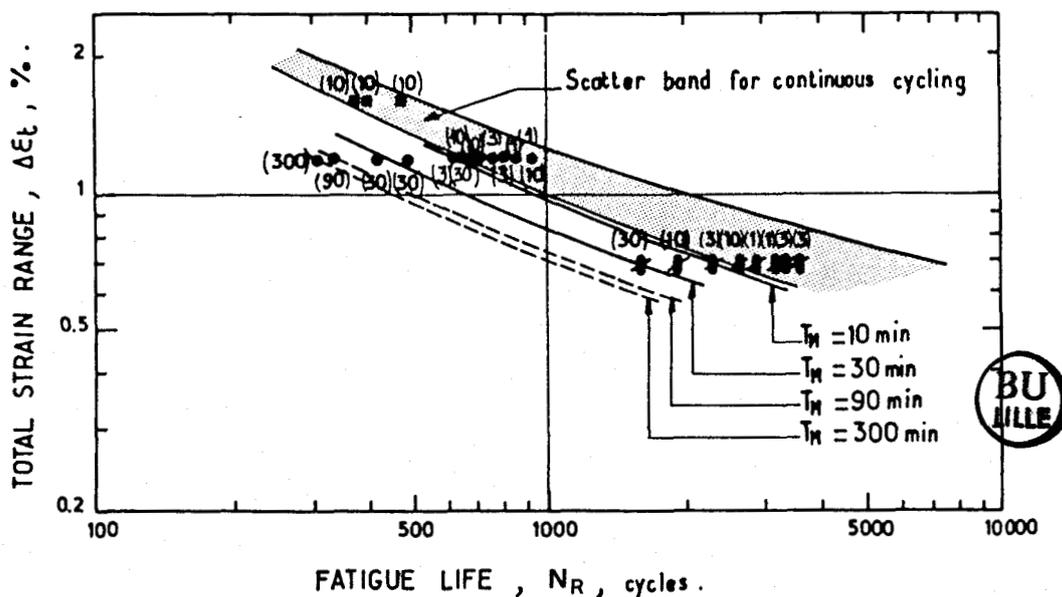


Figure I.3.20

Effet d'un temps de maintien t_M sur la durée de vie en fatigue d'un acier 316L à 600°C

(d'après [169])

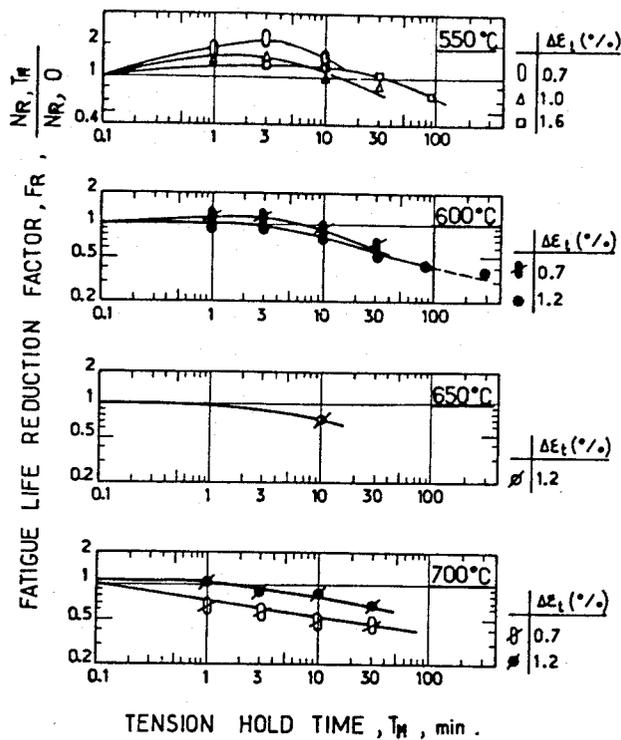


Figure I.3.21

Effet d'un temps de maintien sur le facteur de réduction de durée de vie en fatigue oligocyclique d'un acier 316L, à différentes températures (d'après [169])

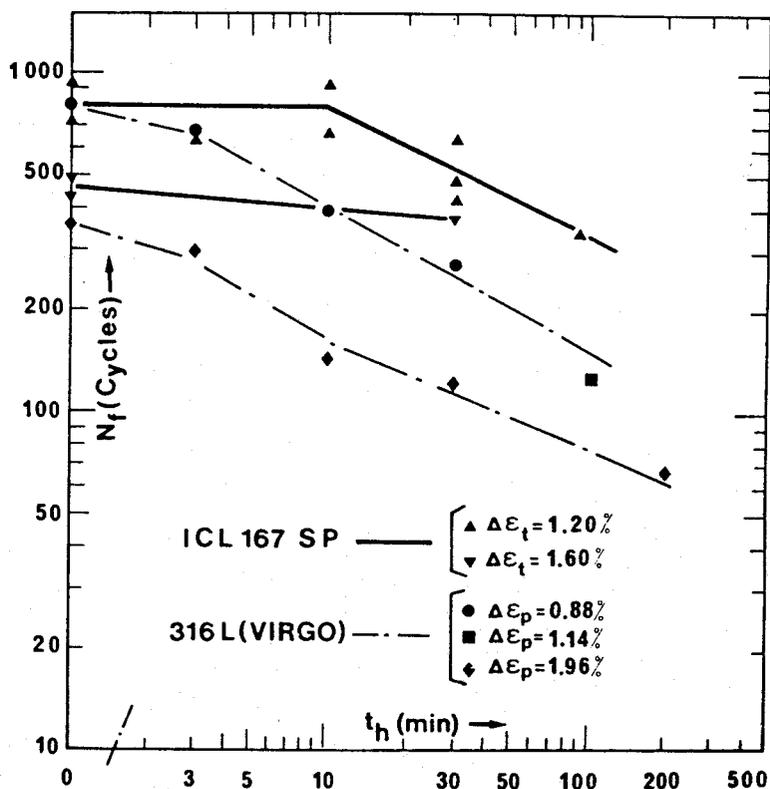


Figure I.3.22

Influence d'un temps de maintien en traction sur la résistance à la fatigue oligocyclique d'aciers 316L (d'après [168])

L'effet endommageant du temps de maintien semble maximum à 600°C [169] où il ne dépend pratiquement plus du niveau de déformation imposé. A 650°C, il semble qu'il existe une saturation de l'effet de t_M , tant dans le 316 [147,153,158] que dans le 316L [165], qui ne paraît pas exister à 600°C (figure I.3.23). Ce résultat est à rapprocher de la moindre relaxation et de sa stabilisation à 650°C dans le 316L.

L'ensemble des résultats précédents s'explique par l'évolution microstructurale de la matrice austénitique au cours de la fatigue - relaxation.

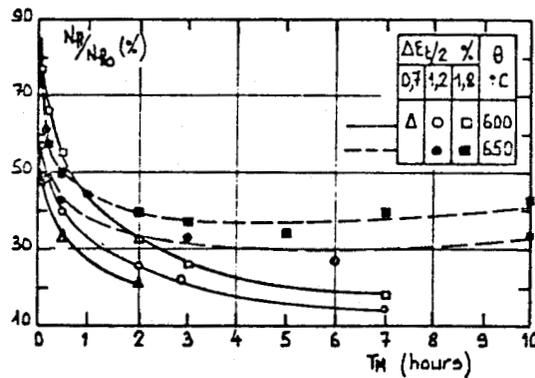


Figure I.3.23

Effet d'un temps de maintien sur la résistance à la fatigue oligocyclique d'un acier 316L à 600 et 650°C

(N_{R_0} durée de vie sans temps de maintien)

(d'après [165])

I.3.3.3. Aspects microstructuraux du comportement en fatigue - relaxation

a - Précipitations en fatigue - relaxation

A 600-650°C, le 316L ne présente pas de précipitations intra- ou intergranulaires en fatigue continue ($\dot{\epsilon}_T = 4.10^{-3} s^{-1}$) [154]. En revanche en fatigue - relaxation, comme en fluage, les durées d'essais et les maintiens en traction favorisent la précipitation (essentiellement de carbures $M_{23}C_6$). La précipitation intergranulaire commence très tôt à 600°C, la précipitation intragranulaire apparaissant un peu plus tard. Un phénomène de précipitation discontinue de carbures peut également se produire. Ces trois types de précipitation sont étudiés par R. Taillard et A. Pineau en fatigue - relaxation de deux aciers 316L de compositions respectives 0,021 % C - 0,08 % N et 0,033 % C - 0,025 % N [164].

Les précipitations, favorisées par la déformation simultanée, sont beaucoup plus rapides que lors de vieillissements statiques (étudiés entre autres par Weiss et Stickler [25]).

La précipitation intragranulaire apparaît de manière hétérogène sur les dislocations et au contact de particules de secondes phases. Elle est moins dense et plus fine dans l'acier à bas carbone (0,021 %).

La précipitation intergranulaire est très variable en taille et en répartition entre les divers joints. Quelques particules de phase σ sont rencontrées aux points triples.

Enfin la précipitation discontinue est d'autant plus facile que la composante de fluage est importante. Elle est constituée de plaquettes de carbures disposées perpendiculairement aux joints. En cours de croissance, les plaquettes entraînent avec elles les joints de grains.

Taillard et Pineau attribuent la moindre précipitation dans l'acier à 0,021 % C - 0,08 % N par rapport à celle dans l'acier à 0,033 % C - 0,025 % N à sa moindre teneur en Carbone [164]. Certains auteurs ont néanmoins constaté que la présence d'Azote ralentit la précipitation des carbures (cf § I.1.2.3.c, [25, 28, 29]). La plus forte teneur en Azote du premier acier pourrait ainsi expliquer sa moindre précipitation jointe ou non à l'influence d'autres éléments d'alliage, sur la limite de stabilité des carbonitrides.

Les précipitations au cours des essais de fatigue - relaxation ont sans doute un rôle important vis-à-vis de l'écoulement plastique.

b - Sous-structures de dislocations en fatigue-relaxation

L'introduction d'un temps de maintien en traction, dans des essais de fatigue oligocyclique, entraîne une destruction des sous-structures de dislocations classiques de la fatigue (cellules, murs, bandes de glissement) au profit de réseaux plans, de parois de polygonisation et d'une déformation plus homogène. Ce changement de caractère est surtout effectif au voisinage des joints de grains et des points triples. A forts temps de maintien t_M , les dislocations tendent à se répartir de manière homogène, comme en fluage. Enfin une augmentation de température de 600° à 700°C accélère la polygonisation et la restauration dynamique, en raison de leur caractère de phénomènes activés thermiquement [164, 165].

Taillard et Pineau montrent que la destruction des structures de fatigue pure, par l'introduction d'un temps de maintien, est d'autant plus rapide (polygonisation et restauration d'autant plus intenses - déformation d'autant plus homogène) que la précipitation intragranulaire est moins dense, donc que les dislocations sont plus mobiles (acier à 0,021 % C - 0,08 % N par rapport à l'acier à 0,033 % C - 0,025 % N) [164].

c - Modes de rupture en fatigue - relaxation

En fatigue continue, tant à température ambiante qu'à 600°C, l'amorçage et la propagation des fissures dans les 316 - 316L sont purement transgranulaires. En fatigue - relaxation, à des températures comprises entre 550 et 700°C, la réduction de durée de vie par introduction de temps de maintien coïncide avec la transition du mode de rupture transgranulaire au mode de rupture intergranulaire, tant en surface que dans la masse de l'échantillon. Il semble pourtant qu'à 700°C, le mode d'endommagement n'est plus du type intergranulaire [169]. Le phénomène reste à expliquer.

L'endommagement intergranulaire, typique des ruptures par fluage des 316 - 316L entre 550 et 700°C, procède par germination et croissance de cavités aux joints de grains ou aux points triples. Le glissement des joints crée les cavités et les contraintes appliquées en assurent la croissance. Les paramètres température et intensité de relaxation ont un rôle déterminant dans ce mode de rupture.

A basse température et forte déformation, la résistance au fluage des aciers 316L rend le glissement des joints de grains négligeable, donc la germination des cavités impossible. Ainsi l'introduction d'un temps de maintien en traction à température inférieure à 600°C, n'entraîne pas de réduction de durée de vie. A température supérieure à 600°C, le glissement des joints de grains permet la germination de cavités, et leur croissance est favorisée par une moindre relaxation de contrainte entraînant alors une forte réduction de durée de vie. C'est ainsi qu'à 600°C, le glissement des joints crée des cavités, et l'intensité de la relaxation, faible bien que continue, ne peut empêcher leur croissance. En revanche à 650°C, la germination est facile, et la relaxa-

tion de contrainte suffisamment intense pour ralentir la croissance des cavités, conduisant à une réduction de durée de vie limitée (figure I.3.23 [165]). On retrouve alors quelques plages de fissuration transgranulaire.

A 600°C, l'endommagement du 316L en fatigue - relaxation est continûment croissant avec le temps de maintien. Levailant et al. [164] montrent que l'acier 316L à 0,021 % C et 0,080 % N est alors plus résistant à la fatigue relaxation que l'acier 316L à 0,033 % C et 0,025 % N. Ils associent cette moindre sensibilité aux temps de maintien à la plus faible amplitude de relaxation du premier acier. Ces observations, a priori contradictoires avec ce qui précède, semblent pouvoir s'expliquer par des considérations microstructurales. A même niveau de déformation imposé, le premier acier ayant une plus forte limite d'élasticité, sa déformation plastique est plus faible, ainsi que sa relaxation et l'endommagement par cycle. De plus le premier acier présente beaucoup moins de précipitation intergranulaire, donc moins de sites de germination possible de cavités. Ceci explique sa meilleure résistance à l'introduction d'un temps de maintien.

En revanche à 550°C, l'introduction d'un faible temps de maintien ($t_M < 10$ mn) améliore la durée de vie d'un 316L [166, 169]. Cette observation a été interprétée par Robert et al. [166]. En relaxation, la mobilité des dislocations est réduite, parce que les dislocations traînent des atmosphères d'interstitiels qui se regroupent en amas de taille croissante avec t_M . Lors du cycle de fatigue, il y a désancrage et mouvement collectif des dislocations, mais le phénomène est d'autant plus difficile que les amas sont mieux formés. D'où l'augmentation de la contrainte maximale cyclique avec t_M et la diminution de la composante endommageante de la déformation.

Cet effet bénéfique de durcissement de la matrice est cependant contrebalancé par l'influence croissante de la fragilisation intergranulaire, conformément au processus de la figure I.3.24. Au delà d'un certain temps de maintien, la fragilisation intergranulaire devient prédominante. En revanche à 600°C, la force de freinage est insuffisante pour durcir suffisamment la matrice, et l'action intergranulaire fragilisante du fluage intervient très tôt.

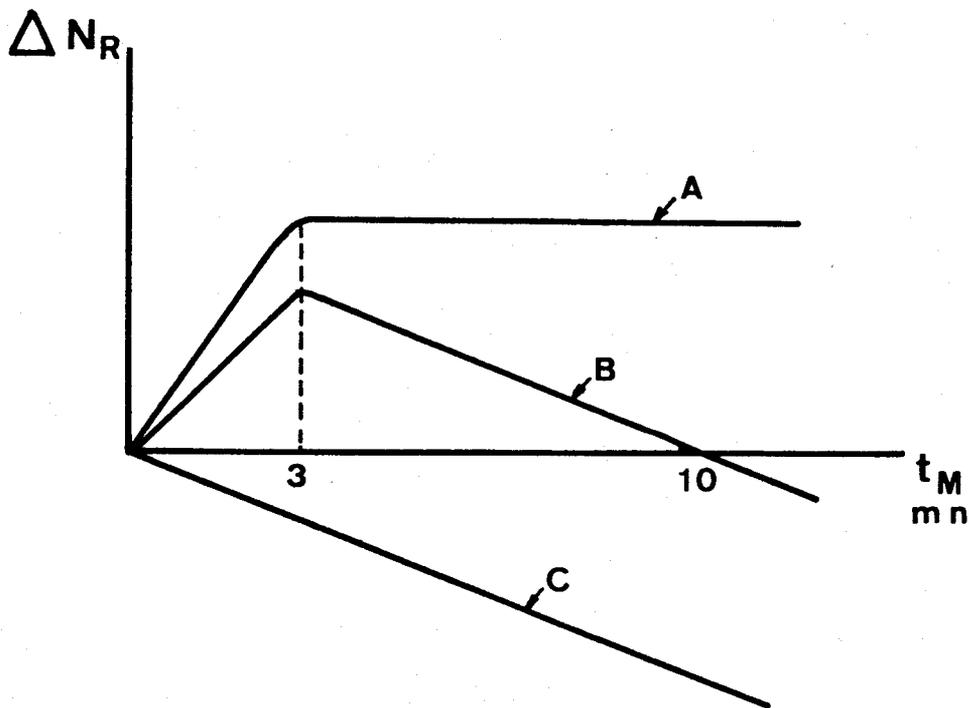


Figure I.3.24

Influence de la durée du temps de maintien sur le nombre de cycles à rupture

A = Influence du durcissement sur N_R

B = Résultante

C = Influence du fluage aux joints sur N_R

(d'après [166])



Ces analyses mettent en évidence les deux types de mécanismes qui contribuent à l'endommagement en fatigue-relaxation : le premier, dépendant du nombre de cycles et plus ou moins lié à la progression des microfissures, est caractéristique de la fatigue continue; le second, dépendant du temps de maintien et correspondant à la présence de microcavités, est gouverné par le temps, l'amplitude de la déformation viscoplastique pendant la relaxation, ou les deux ensemble.

Les méthodes de prédiction de durées de vie en fatigue-relaxation sont de plusieurs types, suivant que l'on considère qu'il n'y a pas de couplage entre les deux modes d'endommagement, ou qu'il y a interaction avec couplage à sens unique, ou interaction avec couplage dans les deux sens.

Dans le cadre du second type de modèles, plusieurs auteurs [164, 167, 168, 169] montrent que l'on peut correctement exprimer la réduction de durée de vie d'un acier 316L due à la présence de temps de maintien en traction, par un terme d'endommagement intergranulaire introduit dans une loi de dommage. L'endommagement intergranulaire est défini par la proportion de joints de grains rompus par fissuration intergranulaire. Si on suppose que la durée de vie en fatigue relaxation comporte une phase d'amorçage de durée négligeable, l'endommagement de fluage se traduit par une accélération de la fissure principale.

BIBLIOGRAPHIE
DU CHAPITRE I

- |1| L. COLOMBIER et J.HOCHMANN : "Stainless and heat resisting steels". Ed. Arnold Ltd (1967).
- |2| T. MASUMOTO, Y. IMAI : "Structural diagrams and tensile properties of the 18 % Cr - Fe - Ni - N quaternary system alloys"., Journal Jpn Inst. Metals, (Juil.1969), pp. 1364-1371.
- |3| H.J. GRABKE and E.M. PETERSEN : "Diffusivity of nitrogen in iron - Nickel alloys". Scripta met. Vol.12 (1978), pp. 1111-1114.
- |4| A.L. SCHAEFFLER., "Constitution diagram for stainless steel weld metal". Met. Progr., (1949), Vol. 56, pp. 680 et 680 B.
- |5| W.T. DELONG, G.A. OSTROM and E.R. SZUMACHOWSKI : "Measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal". Weld. J., (1956), Vol. 35, pp. 526S - 32S.
- |6| F.C. HULL : "Deltaferrite and martensite formation in stainless steels". Weld. J., (1973), Vol. 52, pp. 193S - 203S.
- |7| N. SUUTALA : "Effect of manganese and nitrogen on the solidification mode in austenitic stainless steel welds". Met. Trans., Vol. 13A, (déc. 1982), pp. 2121-2130.
- |8| L. PRYCE and K.W. ANDREWS, J. Iron Steel Ins., 195, (1960), p. 145.
- |9| F.B. PICKERING : "Physical Metallurgy and the design of steels". Applied Science Publishers LTD, (1978) London.
- |10| R. CASTRO, R. TRICOT et D. ROUSSEAU : "Fluage des aciers inoxydables austénitiques à la température ambiante". Symposium : Mécanismes de durcissement des aciers, Zürich, (Mai 1969), pp. 117-134.
- |11| C.L. BRIANT and A.M. RITTER : "The effects of deformation induced martensite on the sensitization of austenitic stainless steels". Met. Trans., Vol. 11 A, (déc. 1980), pp. 2009-2017.

- |12| C.B. POST and W.S. EBERLY : Trans. ASM, 39 (1947), p. 868.
- |13| W.R. TYSON : Rapport du CANMET, ERP/PMRL - 77 - 1 (LS) (Déc. 77).
- |14| M. HABASHI, J. GALLAND : "Considérations sur la fragilisation par l'hydrogène des aciers inoxydables austénitiques". Mém. et Et. Scien. de la Revue de Métallurgie, (juin 1982), pp. 311-323.
- |15| G.B. OLSON and Morris COHEN : "Kinetics of strain-induced martensitic nucleation" Met. Trans., Vol. 6A, (Avril 1975), pp. 791-795.
- |16| J.P. BRICOUT : "Contribution à l'étude de la fragilisation par l'hydrogène des aciers inoxydables austénitiques instables" Thèse d'Etat, (1984), Valenciennes.
- |17| K.B. GUY, E.P. BUTLER, and D.R.F. WEST : "Reversion of bcc α' martensite in Fe - Cr - Ni austenitic stainless steels" Metal Science, Vol. 17, (Avril 1983), pp. 167-176.
- |18| T. ANGEL : J. Iron Steel Inst., (1954), Vol. 177, p. 165.
- |19| F. LECROISEY, A. PINEAU : "Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe - Ni - Cr - C system". Met. Trans. Vol. 3, (1972), pp. 387-396.
- |20| R.E. STOLTZ and J.B. VANDER SANDE : "The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe - Ni - Cr - Mo steels". Met. Trans., Vol. 11A (1980), pp. 1033-1037.
- |21| P.J. BROFMAN and G.S. ANSELL : "On the effect of Carbon on the stacking fault energy of austenitic stainless steels". Met. Trans., Vol. 9A, (1978), pp. 879-880.
- |22| R.E. SCHRAMM and R.P. REED : "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels". Met. Trans., Vol. 6A (1975), pp. 1345-1351.
- |23| S. DEGALLAIX, R. TAILLARD, J. FOCT : "Role of nitrogen interstitials in plastic fatigue of austenitic stainless steels" "Fatigue 84", Conference proceedings, Birmingham (Sept. 1984), pp. 49-59.

- [24] J.K.L. LAI : "Review Paper : A review of precipitation behaviour in AISI Type 316 stainless steel". Materials Science and Engineering, 61 (1983), pp. 101-109.
- [25] B. WEISS and R. STICKLER : "Phase instabilities during high temperature exposure of 316 Austenitic stainless steel". Met. Trans., Vol. 3, (Avril 1972), pp. 851-866.
- [26] J.E. SPRUIELL, J.A. SCOTT, C.S. ARY and R.L. HARDIN : "Microstructural stability of thermal - mechanically pretreated type 316 austenitic stainless steel". Met. Trans., Vol. 4, (juin 1973), pp. 1533-1544.
- [27] J.K.L. LAI : "A study of precipitation in AISI type 316 stainless steel". Materials Science and Engineering, 58 (1983), pp. 195-209.
- [28] H. TUMA, V. LANDA et K. LOBL : "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 %". Mém. Scien. de la Revue de Métallurgie, (Mai 1981), pp. 255-259.
- [29] . MALLICK : "Phase identification in nitrogen stainless steels". M. Sc. Thesis, (1979), University of Newcastle upon Tyne.
- [30] Y. KAWABE, R. NAKAGAWA, 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 Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 8, n°6 (1968), pp. 353-361.
- [31] T. TANAKA, M. KIKUCHI and R. TANAKA : "Electron microscopic observation of Cr₂N Precipitated in 25 % Cr - 28 % Ni - 2 % Mo austenitic steels containing nitrogen". Journal Jpn Inst. Metals (1977), pp. 1145-1153.
- [32] M. CECCARELLI, R. SANTUCCI, A. BENNANI : "Caratteristiche meccaniche a caldo dell'acciaio inossidabile 316 L con aggiunta di boro e azoto". International conference on mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperature, Varese, (20-22 mai 1981).

- |33| T. THORWALDSSON and G.L. DUNLOP : "The influence of composition on precipitation in stabilized austenitic stainless steels". Strength of Metals and Alloys, (1979) ICSMA 5, pp. 755-760.
- |34| R. LEVEQUE, A. MERCIER, J. DEMESTRE, J.P. ANDRE, J. CALVET, P. LEBRET : "Etude du comportement mécanique des aciers inoxydables austénitiques au Mo après maintien de longue durée à chaud". Revue de Métallurgie (Avril 1971) pp. 275-288.
- |35| Arnold S. GROT and Joseph E. SPRUIELL, "Microstructural stability of titanium modified type 316 and type 321 stainless steel". Mét. Trans., Vol. 6A, (1975), pp. 2023-2030.
- |36| P.A. BLENKINSOP and J. NUTTING, J. Iron Steel Inst., London, 205 (1967), p. 17.
- |37| J.L. STRUDEL : "Mécanismes de durcissement d'alliages industriels" Ecole d'Eté "Dislocations et déformation plastique", (Yrivals 1979), Ed. Physique p. 247.
- |38| E.O. HALL : "The deformation and ageing of mild steel : III. Discussion of results". Physical Soc. of London Proceed. 64 (1961) pp. 747-753.
- |39| N.J. PETCH : "The cleavage strength of polycrystals" J. of Iron Steel Inst. 174 (1953), pp. 25-28.
- |40| T.L. JOHNSTON, C.E. FELTNER : "Grain size effects in the strain hardening of polycrystals" Met. Trans., Vol. 1, (1970), pp. 1161-1167.
- |41| L.A. NORSTROM : "The influence of nitrogen and grain size on yield strength in Type AISI 316 L austenitic stainless steel", Metal Science, (Juin 1977), pp. 208-212.
- |42| M. KIKUCHI, T. NISHIMURA, T. TANAKA, R. TANAKA : "Matrix precipitation of Cr₂N in a phosphorus containing austenitic stainless steel". Met. Trans., Vol. 9A, (Sept 1978), pp. 1337-1339.

- |43| J. GRILHE : "Interactions dislocations - dislocations". Ecole d'Eté "Dislocations et déformation plastique". (Yrivals 1979). Ed. Physique, p. 181.
- |44| L. COLOMBIER : "Le Molybdène dans les aciers et alliages inoxydables". Climax Molybdenum. Chapitre IV (1978).
- |45| P. ROZENAK and D. ELIEZER : "Effects of metallurgical variables on hydrogen embrittlement in AISI Type 316, 321 and 347 stainless steels". Materials Science and Engineering, 61 (1983), pp. 31-41.
- |46| D. ELIEZER, D.G. CHAKRAPANI, C.J. ALTSTETTER, and E.N. PUGH : "The influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel". Met. Trans., Vol. 10A, (Juil. 79), pp. 935-941.
- |47| C.L. BRIANT : "Hydrogen assisted cracking of type 304 stainless steel". Met. Trans., Vol. 10A, (Fév. 1979), pp. 181-189.
- |48| M. KIKUCHI, T. TANAKA, K. HAMAGAMI, Y. OGURA, R. TANAKA, : "Lattice dilatation of 25 Cr - 28 Ni and 25 Cr - 28 Ni -2 Mo. Austenitic Steels by dissolved Nitrogen". Metall. Trans., Vol. 7A, (1976), pp. 906-908.
- |49| J.O. NILSSON : "The effect of slip behaviour on the low cycle fatigue behaviour of two austenitic stainless steels" Scripta Metall., Vol. 17, pp. 593-596.
- |50| S. DEGALLAIX, R. TAILLARD, J. FOCT : "Role of Nitrogen interstitials in plastic fatigue of austenitic stainless steels". Communication à "Fatigue 84", Birmingham (Sept. 84). Conference Proceedings, pp. 49-59.
- |51| G. THOMAS : "The effect of short-range order on stacking fault energy and dislocation arrangements in f.c.c. solid solutions". Acta. Metall., Vol. 11, (1963), pp. 1369-1371.
- |52| B.C. ODEGARD, A.J. WEST, J.A. BROOKS : "Effects of Hydrogen on behavior of Materials", A.W. Thompson and I.M. Bernstein eds, AIME, New York, (1976), p. 116.

- |53| H.M. LEDBETTER : "Stainless-steel elastic constants at low temperatures", J. of applied Physic, 52(3), (mars 1981), pp. 1587-1589.
- |54| H.M. LEDBETTER : "Room temperature elastic constants and low-temperature sound velocities for six nitrogen-alloyed austenitic stainless steels". Metall. Trans., Vol. 11A, (Juin 1980), pp. 1067-1069.
- |55| J. FOCT : "Internal Friction associated with interstitial distributions in Fe-N austenite and martensite". International friction and ultrasonic attenuation in crystalline solids. 5e conférence internationale (1975), pp. 283-288.
- |56| J. BOURRAT, J. DEMESTRE, A. MERCIER, G. REMY : "Aciers inoxydables austénitiques à limite élastique améliorée". Revue de Métallurgie, (1967), 64, pp. 1095-1114.
- |57| M.A. MERCIER : "Aciers inoxydables austénitiques à caractéristiques mécaniques améliorées", Aciers Spéciaux, Vol. 10, (1969), pp. 13-20.
- |58| C.E. SPAEDER, W.F. DOMIS, K.G. BRICKNER : "High nitrogen austenitic stainless steels", ASTM STP 522, (1973), pp. 35-45.
- |59| P.D. GOODELL and J.W. FREEMAN : "Elevated temperature properties of nitrogen containing type 304 L austenitic stainless steels", ASTM STP 522, (1973), pp. 46-59.
- |60| L.A. NORSTROM : "Influence of grain size on flow stress in an austenitic stainless steel". Scandinavian Journal of Metallurgy, 6, (1977), pp. 145-150.
- |61| P. KADLECEK : "Mechanical Property Data on Hot-Extruded 304N and 316N stainless steel pipe". ASTM STP 522, (1973), pp. 3-34.
- |62| S. DEGALLAIX, J.B. VOGT, J. FOCT : "Influence de la teneur en Azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques". Mém. et Et. Scientifiques de la Rev. de Métall., (Nov. 1983), pp. 619-633.

- [63] G.P. SANDERSON and D.T. LLEWELLYN : "Mechanical properties of standard austenitic stainless steels in the temperature range -196 to +800°C". J. Iron Steel Inst. London, 207, (1969), pp. 1129-1146.
- [64] H.I. HENRY : "The properties of austenitic stainless steel at cryogenic temperatures" dans Austenitic Steels at low temperatures, Ed. R.P. Reed et T. Horiushi, (1982), pp. 1-27.
- [65] Y. ADDA, J.M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE : Eléments de métallurgie physique. Tome 5 "Déformation plastique", (1979), p. 1348.
- [66] C. ALBERTINI, M. MONTAGNANI : "Dynamic mechanical properties at high temperature of austenitic stainless steels for nuclear applications". Commission of the European Communities, Joint research center, Rapport CEA 19934 (1981).
- [67] J.L. STRUDEL : "Interactions des dislocations avec des impuretés mobiles". Ecole d'Eté "Dislocations et déformation plastique". Yrivals 1979. Ed. de Physique, pp. 199-222.
- [68] J.L. CHRISTIAN, J.D. GRUNER, L.D. GIRTON : "The effect of cold rolling on the mechanical properties of type 310 Stainless steel at room and cryogenic temperatures, Trans. Am. Soc. Met. 57, (1964), pp. 199-207.
- [69] D. GAN : "Tensile and fracture properties of type 316 stainless steel after creep" Met. Trans., Vol. 13A, (1982), pp. 2155-2163.
- [70] LNG Materials and Fluids, D.B. Mann, Ed., National Bureau of standards, Boulder, Colorado (1978).
- [71] D.T. READ and R.P. REED : "Toughness, fatigue crack growth and tensile properties of three nitrogen-strengthened stainless steels at cryogenic temperatures" in The Metal Science of stainless steel, American Society of Metals, Metals Park, Ohio, (1979), pp. 92-121.

- [72] L.Å. NORSTROM : "Intermetallic phase embrittlement in an Austenitic Stainless Steel of type AISI 316L" Scandinavian Journal of Metallurgy, 8, (1979), pp. 76-80.
- [73] P. RABBE, J. FREYCENON, J. HERITIER : "Stabilité structurale de l'acier 167SPH" Document Creusot-Loire. SGT. n° 29 (1980).
- [74] W.F. DOMIS : "Creep and Creep-Rupture properties of types 304N et 316N stainless steels". ASTM, STP 522, pp. 86-99.
- [75] R. LEVEQUE, A. MERCIER, J. DEMESTRE, J.P. ANDRE, J. CALVET, P. LEBRET : "Etude du comportement mécanique d'aciers inoxydables austénitiques au Molybdène après maintien de longue durée à chaud". Revue de Métallurgie, (avril 1971), pp. 275-288.
- [76] P. WELLNER : "Acier austénitique coulé à teneur d'Azote", Numéro Recherche Sulzer, (1978), pp. 103-104.
- [77] K. PROTIVA, A. KARAS : "Etude de la résistance au fluage de l'acier du type 08Cr17Ni12Mo2". Matériaux et Techniques, Juin-Juillet 1981, pp. 167-173.
- [78] D.G. MORRIS and D.R. HARRIES : "Creep and Rupture in Type 316 stainless steel at températures between 525 and 900°C".
Part I : Creep rate. Metal Science, (Nov. 1978), pp. 525-531.
Part II : Rupture and Ductility. Metal Science, (Nov. 1978), pp. 532-541.
Part III : Precipitation behaviour. Metal Science, (Nov. 1978), pp. 542-549.
- [79] D.G. MORRIS : "Creep in type 316 stainless steel". Acta Metallurgica, Vol. 26, (1978), pp. 1143-1151.
- [80] J.A. MAZZA and G. WILLOUGHBY : "Structural changes and creep mechanisms in type 316 steel at 600°C." Journal of the Iron and Steel Institute, (Juil. 1966), pp.717-726.

- |81| J.K. LAI and A. WICKENS : "Microstructural changes and variations in creep ductility of 3 casts of type 316 stainless steel". Acta Metallurgica, Vol. 27, (1979), pp. 217-230.
- |82| D.G. MORRIS : "The influence of sigma phase on creep ductility in type 316 stainless steel". Scripta Metallurgica, Vol. 13, (1979), pp. 1195-1196.
- |83| A. HORSEWELL : "Creep inhibition at grain boundaries in a stainless steel". Met. Trans., Vol. 9A, (déc. 1978), pp. 1843-1847.
- |84| R.J. FIELDS, T. WEERASOORIYA, M.F. ASHBY : "Fracture-mechanisms in pure iron, two austenitic steels and one ferritic steel". Met. Trans., Vol. 11A, (fév. 1980), pp. 333-347.
- |85| D.A. MILLER, T.G. LANGDON : "Creep fracture maps for 316 stainless steel". Met. Trans., Vol. 10A, (nov. 1979), pp. 1635-1641.
- |86| D.G. MORRIS : "Creep failure in type 316 austenitic steel". Metal Science, (Janvier 1978), pp. 19-29.
- |87| T. SHINODA, R. TANAKA, T. ISHU, T. MIMINO, K. KINOSHITA : "Influence of C, B and N on Creep rupture strength and structural changes in Creep of 18 Cr - 10 Ni stainless steel". (1970)
- |88| G. ROBERT : Communication privée.
- |89| G. ROBERT, J. DESSUS, M.F. FELSEN : "Corrélations entre l'évolution de la microstructure et la ductilité à la rupture par fluage des aciers 17/13 entre 550°C et 700°C". Annales de Chimie "Science des Matériaux", (1981), 6, pp. 209-224.
- |90| G. SINGH, G.A.C. BOYD, J.L. HENSHALL : "Effect of prior aging on the creep properties of type 316L stainless steel". Met. Trans., Vol. 11A, (1980), pp. 539-542.
- |91| N.G. NEEDHAM and J. ORR : "The effect of residuals on the elevated temperature properties of some creep resistant steels". Phil. Trans. R. Soc. Lond. A295, (1980), pp. 279-288.

- [92] L.M.T. HOPKIN and L.H. TAYLOR : "Creep properties of Cr - Ni - Mo austenitic steel in relation to structure". Journal of the Iron and Steel Institute, (Janv. 1967), pp. 17-27.
- [93] L. ROHLIN, B. ARONSSON : "Creep properties of stabilised austenitic steels". Scandinavian Journal of Metallurgy, 9, (1980), pp. 237-243.
- [94] M.A. MERCIER : "Aciers inoxydables austénitiques à caractéristiques mécaniques améliorées". Aciers Spéciaux, Vol. 10, (1969), pp. 13-20.
- [95] L.G. LILJESTRAND and A. OMSÉN : "The mechanisms of improved creep strength in a new austenitic stainless steel". Met. Trans., Vol. 6A, (1975), pp. 279-286.
- [96] P.D. GOODELL, J.W. FREEMAN : "Elevated temperature properties of Nitrogen - containing type 304L austenitic stainless steel". ASTM STP 522, (1969), pp. 46-59.
- [97] T.M. CULLEN, M.W. DAVIS : "Influence of nitrogen on the creep-rupture properties of type 316 steel". ASTM STP 522, (1969), pp. 60-78.
- [98] W.F. DOMIS : "Creep and Creep - rupture properties of types 304N and 316N stainless steels". ASTM STP 522, (1969), pp. 86-104.
- [99] H. GERLACH, H.R. KAUTZ : "Einfluss verschiedener Elemente, besonders von Kohlenstoff und Stickstoff, auf das Zeitstandverhalten eines voll-austenitischen Stahles mit rd. 18,5 % Cr und 10,5 % Ni". Stahl und Eisen 88 (1968), n°25, pp. 1422-1425.
- [100] J.K. LAI, D.J. CHASTELL, P.E.J. FLEWITT : "Precipitate phases in type 316 austenitic stainless steel resulting from long - term high temperature service". Materials Science and Engineering, 49 (1981), pp. 19-29.
- [101] V.K. SIKKA and S.A. DAVID : "Discontinuous creep deformation in a type 316 stainless steel casting". Met. Trans., Vol. 12A, mai 1981, pp. 883-892.

- |102| G. ENGBERG and R. LAGNEBORG : "The creep strength of carbide - strengthened stabilised austenitic stainless steel". Scandinavian Journal of Metallurgy 7, (1978), pp. 282-286.
- |103| J.M. SILCOCK, D. RAYNOR, G. WILLOUGHBY : "Effect of nitrogen content, titanium content and prior deformation on creep behaviour of nitrided austenitic steels", Metal Science, (1977), pp. 551-562.
- |104| G. ENGBERG and A. ODEN : "An improved mathematical model for simultaneous precipitation of $M_{23}C_6$ and TiC in an austenitic stainless steel". TRITA - MAC - 0099. R.I.T. Stockholm, (1976).
- |105| H. HERMAN : "Surface mechanical properties - effects of ion implantation". Nuclear Instruments and Methods 182/183, (1981), pp. 887-898.
- |106| B. BILLON : "Embrittlement of steel by nitriding". PHD. University of Newcastle upon Tyne. (Oct. 1983).
- |107| J.A. SHEPIC and F.R. SCHWARTZBERG : "Fatigue testing of stainless steels" in : Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures.. I, NBSIR 78-884, National Bureau of Standards, Boulder, Colorado (1978), pp. 15-68.
- |108| J.N. KASS, W.L. BELL, M.T. WANG, J. BOBICK : "Influence of recrystallization behavior on the mechanical properties of XM-19 Stainless Steel (22 Cr - 13 Ni - 5 Mn - 2 Mo - 0,3 N)". Met. Trans., Vol.10A, (June 1979), pp. 715-725.
- |109| J.O. NILSSON : "The influence of nitrogen on high temperature low-cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steels". Fatigue Engineering of Materials and Structures, Vol.7, N°1, (1984), pp. 55-64.
- |110| S. DEGALLAIX, J.B. VOGT, J. FOCT : "Influence de la teneur en Azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques", Mémoires et études scientifiques de la revue de métallurgie, (Nov. 1983), pp. 619-633.

- [111] J.B. VOGT, S. DEGALLAIX, J. FOCT : "Low-cycle fatigue life enhancement of 316L stainless steel by nitrogen alloying", International Journal of Fatigue, (Oct. 1984), pp.211-215.
- [112] P. LUKAS et M. KLESNIL : "Fatigue hardening of Cu-Zn alloys", Physica Status Solidi, 21, (1967), pp. 717 à 731.
- [113] A. ABEL et M. MUIR : "The Bauschinger effect and stacking fault energy", Philosophical Magazine, Vol. 27, n°3, (mars 1973), pp. 585-594.
- [114] G. CHALANT et L. REMY : "The influence of slip character on the low-cycle fatigue behaviour". In Proceedings of 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, (1979), pp. 1225-1230.
- [115] R.M. PELLOUX et R.E. STOLTZ : "Optimization of microstructures for fatigue resistant engineering alloys", ICSMA 4, Nancy, (1976), pp. 1023-1036.
- [116] H. MUGHRABI : "Microscopic mechanisms of metal fatigue", Proceedings of 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, (1979), pp. 1615-1638.
- [117] A. PINEAU : "Mécanismes d'accommodation et de fissuration en fatigue oligocyclique" - Mécanique - Matériaux - Electricité, N° 323-324, (nov-déc. 1976), pp. 6-14.
- [118] T. MAGNIN, J. DRIVER, J. LEPINOUX, L.P. KUBIN : "Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux CC et CFC : I - Consolidation cyclique". Revue de Physique Appliquée, 19, (1984), pp. 467-482.
- [119] T. MAGNIN, J. DRIVER, J. LEPINOUX, L.P. KUBIN : "Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux CC et CFC : II - Saturation cyclique et localisation de la déformation", Revue de Physique Appliquée, 19, (1984), pp. 483-502.

- |120| K.D. CHALLENGER, J. MOTEFF : "Correlation of sub-structure with the elevated temperature low-cycle fatigue of AISI 304 and 316 stainless steels" - Fatigue at elevated temperatures, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, (1973), pp. 68-79.
- |121| G. BRUN, J.P. GAUTHIER, P. PETREQUIN : "Etude de la fatigue oligocyclique d'un acier Z2 CND17-12 (type AISI 316L)" - Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, (Juil.-Août 1976), pp. 461-483.
- |122| C. GORLIER : "Micromécanismes de fatigue plastique de l'acier 316L sous formes monocristalline et polycristalline". Thèse de Docteur-Ingénieur en Métallurgie, (déc 1984), Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- |123| C. DONADILLE, L. ESSADIQI, M. PERNOT, R. PENELLE, P. LACOMBE : "Investigation by high voltage electron microscopy of the microstructural evolution of a 316L stainless steel during monotonic and/or cyclic uniaxial loading at room temperature"- ICSMA 5, (août 1979), Vol. 2, pp. 1107-1112.
- |124| E.H. ESSADIQI : "Etude microstructurale, modélisation et prévision quantitative de l'évolution de la texture de l'acier 316L en plasticité à température ambiante". Thèse de Docteur-Ingénieur en Métallurgie, (oct. 1980), Université Paris XI.
- |125| J.L. STRUDEL : "Influence de l'énergie de défaut d'empilement sur les propriétés mécaniques d'alliages industriels". J. Microsc. Spectrosc. Electron., Vol. 3, (1978), pp. 337-356.
- |126| M. KLESNIL, P. LUKAS : "Fatigue of metallic materials". Materials science monographs, 7, Edt Elsevier (1980).

- [127] H. MUGHRABI, F. ACKERMANN, K. HERZ : "Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals" - "Fatigue mechanisms". ASTM STP 675, (1979), pp. 69-105.
- [128] T. LEFFERS : "Microstructures and mechanisms of polycrystal deformation at low temperature". In N. Hansen and others (Eds), "Deformation of polycrystals : Mechanisms and Microstructures" - Risø National Laboratory, Roskilde (1981), pp. 55-71
- [129] J.E. PRATT : "Dislocation substructure in strain-cycled copper as influenced by temperature" Acta Metall., Vol. 15, (fév. 1967), pp. 319-327.
- [130] C.E. FELTNER, C. LAIRD : "Cyclic stress-strain response of FCC metals and alloys : I - Phenomenological experiments", Acta Metallurgica, Vol. 15, (oct. 1967), pp. 1621-1632. - II - Dislocation structures and mechanisms", Acta Metallurgica, Vol. 15, (oct. 1967), pp. 1633-1653.
- [131] J.C. GROSSKREUTZ : "The Mechanisms of metal fatigue". Physica Status Solidi, b, Vol. 47, (1971), pp. 11-31 et pp. 359-396.
- [132] 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, en Mécanique appliquée à la construction, (déc. 1980), Université Paris VI.
- [133] J.L. CHABOCHE, H. KACZMAREK, P. RAINE : "Sur les effets d'interaction de l'écrouissage et de l'endommagement dans l'acier 316L" - Recherche Aéronautique N° 1980-3, pp. 177-196.
- [134] W.J. PLUMBRIDGE, M.E. DALSKI, P.J. CASTLE : "High strain fatigue of a type 316 stainless steel" - Fatigue of Eng. Mat. and Structures, Vol. 3, (1980), pp. 177-188.

- [135] M.J. MANJOINE, E.I. LANDERMAN : "Techniques for fatigue testing and extrapolation of fatigue life for austenitic stainless steels" - Journal of Testing and Evaluation, JTEVA, Vol. 10, N° 3, (Mai 1982), pp. 115-120.
- [136] J.L. CHABOCHE, K. DANG VAN, G. CORDIER : "Modélisation de l'effet de mémoire de la déformation sur le durcissement de l'acier inoxydable 316". 5th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology - (SMIRT-5), (Août 1979).
- [137] P. TAUPIN : "Etude du cumul de l'endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier austénitique Z3 CND17-12". Thèse de Docteur Ingénieur en Mécanique Appliquée et Science des Matériaux, (déc. 1978), Université de Technologie de Compiègne.
- [138] H.P. LIEURADE : "Les méthodes d'essai en fatigue oligocyclique" - Mécanique - Matériaux - Electricité, n° 323-324, (nov-déc 1976), pp. 15-26.
- [139] J.T. BERLING, 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, American Society for Testing and Materials, (1969), pp.3-30.
- [140] K. KANAZAWA, S. YOSHIDA : "Effect of temperature and strain rate on the high temperature low-cycle fatigue behavior of austenitic stainless steels". Instn. Mech. Engrs, Conference Publication 13, (1973), pp. 226/1 - 226/10.
- [141] R. CASTRO, J.J. de CADENET : "Limites élastiques et fluage à froid des aciers inoxydables austénitiques". Revue de Métallurgie, (1966), pp. 803-814.
- [142] A. PELLISSIER-TANON, J.L. BERNARD, C. AMZALLAG, P. RABBE : "Evaluation of the resistance of type 316 stainless steel against progressive deformation" - Low-cycle fatigue and life prediction, ASTM STP 770, American Society for Testing and Materials, (1982), pp. 69-80.

- [143] A.M. NOMINE, D. DUBOIS, D. MIANNAY, P. BALLADON, J. HERITIER : "Creep and cyclic tension behavior of a type 316 stainless steel at room temperature". Low-cycle fatigue and life prediction, ASTM STP 770, American Society for Testing and Materials, (1982), pp. 45-68.
- [144] K. KANAZAWA, K. YAMAGUCHI, S. YOSHIDA : "Coaxing effect in high temperature fatigue of type 316 austenitic stainless steel" - Proceedings of the 1974 Symposium on mechanical behavior of materials, Kyoto, Vol. I, pp. 525-534.
- [145] C.E. JASKE, N.D. FREY : "Long life fatigue of type 316 stainless steel at elevated temperature up to 593°C" - Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 104, (avril 1982), pp. 137-144.
- [146] K. KANAZAWA, S. YOSHIDA : "Scanning electron microscope observation of fracture surfaces of AISI 316 stainless steel formed by low-cycle fatigue at high temperatures", Transactions of National Research Institut for Metals, Vol. 14, N° 6, (1972), pp. 219-225.
- [147] C.E. JASKE, H. MINDLIN, J.S. PERRIN : "Development of elevated temperature fatigue design information for type 316 stainless steel" - Instn Mech. Engrs, Conference Publication 13, (1973), pp. 163/1 - 163/7.
- [148] F. FURUYA, N. NAGATA, R. WATANABE : "Low cycle fatigue properties of type 316 stainless steel in vacuum" - Journal of Nuclear Materials, 89, (1980), pp. 372-382.
- [149] K. YAMAGUCHI, K. KANAZAWA : "Influence of grain size on the low-cycle fatigue lives of austenitic stainless steels at high temperatures" - Met. Trans., Vol 11 A, (Oct. 1980), pp. 1691-1699.

- |150| K. YAMAGUCHI, 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" - Met. Trans., Vol. 11 A, (déc. 1980), pp. 2019-2028.
- |151| T.W. THORPE, G.C. SMITH : "Elevated temperature, low cycle fatigue of AISI 316 stainless steel" - ICF5, Cannes (1981), pp. 2413-2421.
- |152| J.H. DRIVER : "The effect of boundary precipitates on the high temperature fatigue strength of austenitic stainless steels" - Metal Science Journal, Vol. 5, (1971), pp. 47-50.
- |153| C.F. CHENG, C.Y. CHENG, D.R. DIERCKS, R.W. WEEKS : "Low-cycle fatigue behavior of types 304 and 316 stainless steel at LMFBR operating temperature". Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, (1973), pp. 355-364.
- |154| W.E. WHITE, R.I. COOTE, I. LE MAY : "Effects of combined creep and fatigue loading on an austenitic stainless steel at high temperature" - Fatigue at elevated temperatures, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, (1973), pp. 377-386.
- |155| J. WAREING : "Creep-fatigue behaviour of four casts of type 316 stainless steel". ND-R-512(s) - (1981).
- |156| M. OHNAMI, M. SAKANE : "A study on metallic creep - fatigue interaction at elevated temperatures (Especially, based on strain history)". Bulletin of the JSME, Vol. 21, N° 157, (Juillet 1978), pp. 1057-1063.
- |157| B.K. MIN, R. RAJ : "Hold-time effects in high temperature fatigue". Acta Metallurgica, Vol. 26, (1978), pp. 1007-1022.

- [158] J.B. CONWAY, J.T. BERLING, R.H. STENTZ : "Strain rate and hold-time saturation in low-cycle fatigue : Design-parameter plots" - Fatigue at elevated temperatures, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, (1973), pp. 637-647.
- [159] C.R. BRINKMAN, G.E. KORTH : "Low cycle fatigue and hold time comparisons of irradiated and unirradiated type 316 stainless steel". Met. Trans., Vol. 5, (mars 1974), pp. 792-794.
- [160] C.R. BRINKMAN, J.P. STRIZAK, M.K. BOOKER : "Experiences in the use of strainrange partitioning for predicting time dependent strain controlled cyclic life times of uniaxial specimens of 2 1/4 Cr - 1 Mo steel, type 316 stainless steel, and Hastelloy X" - AGARD Conference proceedings n° 243, Characterization of low cycle high temperature fatigue by the strainrange partitioning method, (Avril 1978), pp. 15-1 à 18.
- [161] P. PETREQUIN, M. MOTTOT, C. AMZALLAG, P. RABBE, J. GRATTIER, S.H. MASSON, G. ROBERT, A. SILVENT : "Etude de l'interaction fatigue - fluage de deux aciers utilisés entre 500 et 600°C (Acier 10CD9-10 et Acier Z3 CND17-12)". Contrat DGRST 76-7-1200.
- [162] B. REZGUI : "Interaction fatigue - fluage : Effet d'un temps de maintien sur la résistance à la fatigue d'un acier Z2 CND17-13 (Type 316L) à 600°C" - Rapport CEA - R - 4982, (1979).
- [163] C. LEVAILLANT, B. REZGUI, A. PINEAU : "Effects of environment and hold times on high temperature low cycle fatigue behaviour of 316L stainless steel" - Vol. 2, ICM 3, Cambridge, (Août 1979), pp. 163-172.
- [164] C. LEVAILLANT, R. TAILLARD, A. PINEAU : "Comportement en fatigue oligocyclique de l'acier austénitique 316 - Interactions Fatigue - Fluage - Oxydation" - Rapport MM/CL - AP/12-80 - Compte rendu final contrat CEA - SA 7387 - SA 7388 - SA 7389 - Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris - Armines (1982).

- [165] B. REZGUI, P. PETREQUIN, M. MOTTOT : "Hold time effects on low cycle fatigue properties of 316L stainless steel at 600°C and 650°C" - ICF 5, (1981), pp. 2393-2402.
- [166] G. ROBERT, J. DESSUS, C. REGNARD, F. LE NAOUR : "Rupture intergranulaire en fluage et en fatigue relaxation de l'acier Z2 CND17/13 (316L) entre 550 et 700°C". Mém. et Et. Scient. de la Revue de Métallurgie, (Sept. 1981), p. 406.
- [167] P. PETREQUIN, M. MOTTOT, C. AMZALLAG, P. RABBE, J. GRATTIER, S.H. MASSON, C. LEVAILLANT, A. PINEAU : "Etude de l'interaction fatigue-fluage sur un acier Z3 CND17-12 (316L) à haute résistance au fluage". Compte rendu DGRST "Matériaux" - (Juin 1982) - CEA - CEN Saclay.
- [168] C. LEVAILLANT, A. PINEAU : "Assessment of high-temperature low-cycle fatigue life of austenitic stainless steels by using intergranular damage as a correlating parameter" - Low-cycle fatigue and life prediction, ASTM STP 770, American Society for Testing and Materials, (1982), pp. 169-193.
- [169] M. MOTTOT, P. PETREQUIN, C. AMZALLAG, P. RABBE, J. GRATTIER, S. MASSON : "Behavior in fatigue - relaxation of a high-creep resistant type 316L stainless steel" - Low-cycle fatigue and life prediction, ASTM STP 770, American Society for Testing and Materials, (1982), pp. 152-168.

CHAPITRE II

ETUDE EXPERIMENTALE

PLAN DU CHAPITRE II

II.1. CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX ETUDIES

- II.1.1. Désignations et identifications
- II.1.2. Compositions chimiques
- II.1.3. Traitements thermiques
- II.1.4. Microstructures - Etats de précipitation

II.2. PROGRAMME D'ESSAIS

- II.2.1. Essais à température ambiante
- II.2.2. Essais à 600°C

II.3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

II.4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

- II.4.1. Résultats des essais de traction monotone
- II.4.2. Résultats des essais de fatigue oligocyclique
- II.4.3. Consolidations monotone et cyclique
- II.4.4. Résistance à la fatigue oligocyclique

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II

APPENDICE : Dispositif d'essais en traction et en fatigue oligocyclique à l'ambiante et à chaud

Les matériaux et éprouvettes usinées non rectifiées nous ont été fournis par Creusot-Loire Ondaine - Centre de Recherche d'Unieux.

Une première série de 6 aciers de coulées industrielles a été utilisée pour l'étude de l'influence de la teneur en Azote interstitiel sur la tenue à la fatigue plastique oligocyclique à température ambiante (leurs repères ultérieurement définis seront les lettres A, B, C, D, F, G).

A la suite des résultats de cette première étude, il fut décidé d'élaborer deux coulées spéciales de laboratoire de 225 kg (repères ultérieurs E et H) afin d'affiner les premiers résultats et d'étudier les comportements en fatigue plastique après vieillissements statiques.

II.1. CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX ETUDIES

II.1.1. DESIGNATIONS ET IDENTIFICATIONS

Les matériaux étudiés appartiennent à la famille des aciers inoxydables austénitiques 18-12 (AISI 316).

Leurs principales caractéristiques d'identification et d'élaboration sont définies dans le tableau ci-dessous :

REPÈRE	CREUSOT-LOIRE	AFNOR	AISI	COULEE	PRODUIT	DIMENSION
A	ICL 164 BC	Z2 CND 17-11	316 L	02471	Tôle Isbergues 17428	e = 37 mm
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	Z2 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 à l'Azote	316 LN	02857	Tôle Isbergues 19862	e = 18 mm
G	ICL 166 HE	Z2 CND 17-12 à l'Azote	316 LN	UB419	Coulée D.R.U.	∅ 25
H	ICL 166 HE	Z2 CND 17-12 à l'Azote	316 LN	KK629	Coulée H.F. Ondaine	∅ 25 lingot 225 kg



Tableau II.1.1.
Désignations et caractéristiques d'élaboration
des matériaux étudiés

Par la suite, nous désignerons les divers matériaux par leur lettre "Repère".

II.1.2. COMPOSITIONS CHIMIQUES

Les compositions chimiques obtenues sur les têtes des éprouvettes sont données dans le tableau II.1.2. On peut remarquer dès à présent que les aciers D et E, bien que désignés de manières différentes par Creusot-Loire, sont en fait très voisins (nuance ICL 167SPH).

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	0,190	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	<0,001	0,215	0,0009	0,015	-
H	0,024	1,59	0,65	0,006	0,020	12,98	17,01	2,62	0,180	0,250	0,0015	0,110	-



Tableau II.1.2.
Compositions chimiques en pourcentages massiques

II.1.3. TRAITEMENTS THERMIQUES

Tous les matériaux ont été hypertrempés, par refroidissement à l'eau après maintien de 1 heure à 1100°C, avant usinage des éprouvettes. Ce traitement assure une mise en solution quasi totale de l'Azote et du Carbone dans la matrice austénitique, la solution solide étant "gelée" par le refroidissement à l'eau.

Le calcul des équivalents Chrome et Nickel :

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

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

permet d'évaluer le taux de ferrite présent dans la matrice austénitique, à partir du diagramme de Schaeffler modifié par Delong en présence d'Azote [1] (cf.§ I.1.2.1.).

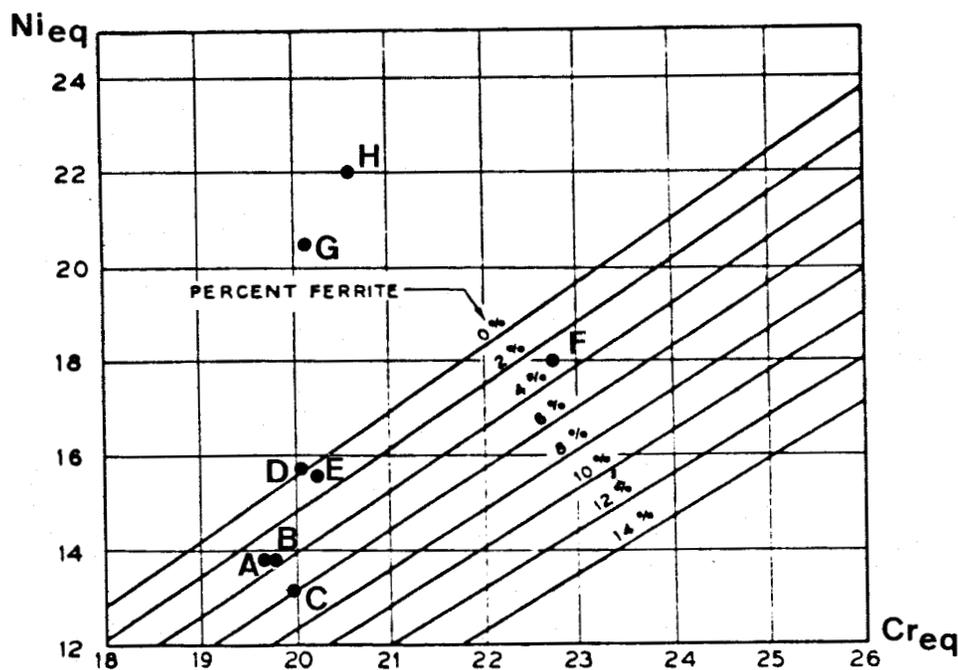


Figure II.1.1.

Diagramme de Schaeffler modifié par Delong [1]

Afin d'étudier l'influence d'une précipitation sur le comportement mécanique de ces aciers, un certain nombre de barreaux en aciers E et H ont été vieillis à 600°C à l'air, les uns pendant 2000 h et les autres pendant 10 000 h. Dans la suite, les divers états de ces aciers sont respectivement désignés par :

HT pour l'état hypere trempé

V pour l'état hypere trempé puis vieilli 2000 h à 600°C

VV pour l'état hypere trempé puis vieilli 10 000 h à 600°C

II.1.4. MICROSTRUCTURES - ETATS DE PRECIPITATION

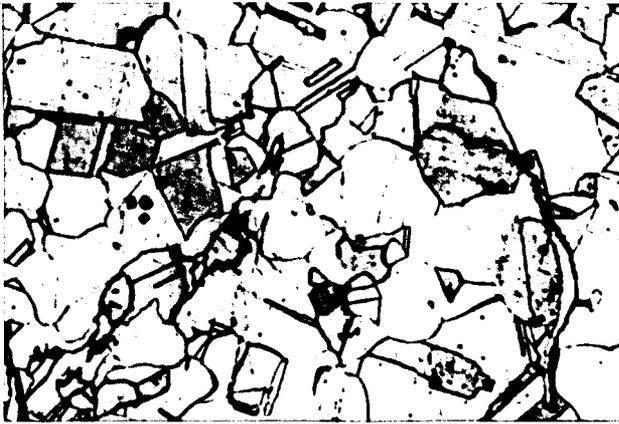
Après polissage électrolytique par une solution de 90 % d'acide acétique et 10 % d'acide perchlorique, les structures sont révélées chimiquement à l'eau Regale (1 volume HCl, 2 volumes HNO₃, 2 volumes d'eau) pour les états hypere trempés, et au chlorure ferrique (10 g chlorure ferrique, 30 ml HCl et 120 ml H₂O) pour les états vieillis.

Les micrographies obtenues sont présentées sur les planches II.1 et II.2, et les tailles de grain mesurées sont données dans le tableau II.1.3., ainsi que les indices AFNOR correspondants.

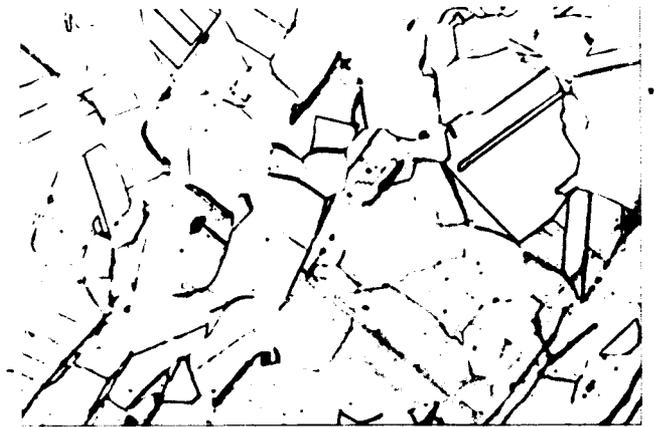
Acier	A	B	C	D	E	F	G	H
d(μ)	45	60	60	100	135	110	105	100
G indices AFNOR de grosseur de grain	6	5	5	4	3	3	4	4

Tableau II.1.3.

Taille de grains des aciers étudiés



acier A



acier B



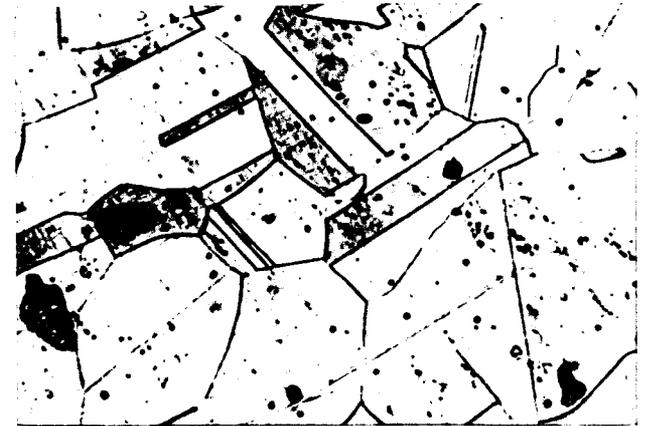
acier C



acier D



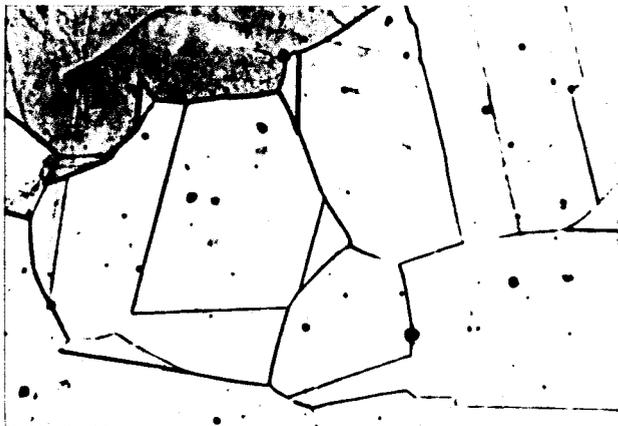
acier F



acier G



100µm



acier E.HT

100 μm

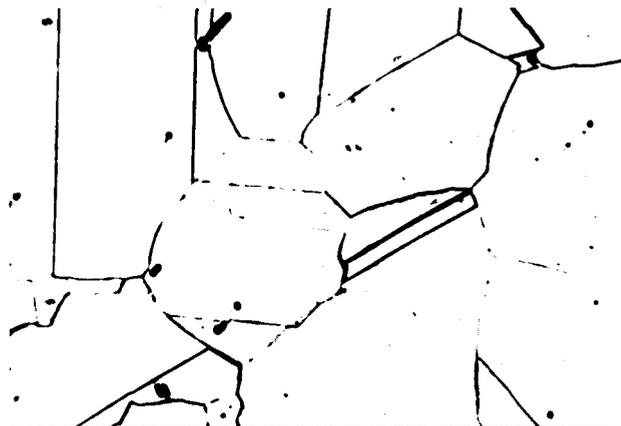


acier H.HT



acier E.V

100 μm

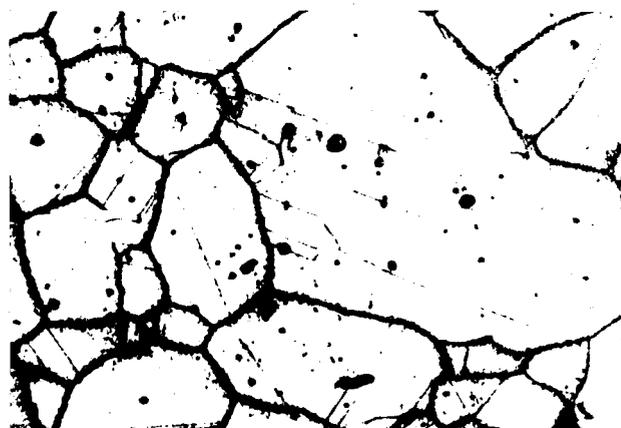


acier H.V



acier E.VV

100 μm



acier H.VV



Nous avons tenté de mesurer les paramètres de maille de ces aciers par diffraction des rayons X, à l'aide d'un diffractomètre Siemens. Notre but était de corréler la teneur en éléments interstitiels au paramètre de maille de l'austénite. Ces tentatives ne se sont pas révélées fructueuses.

Les premiers paramètres, mesurés sur les aciers E et H hypertrempés, polis mécaniquement avec précaution, nous ont paru encourageants :

$$\text{Pour l'acier E} = (0,08 \% \text{ N}) \quad a = 3,5976 \text{ \AA}$$

$$\text{Pour l'acier H} = (0,25 \% \text{ N}) \quad a = 3,6025 \text{ \AA}$$

soit un accroissement de paramètre dû à l'Azote :

$$\Delta a = 0,030 \text{ \AA} / \% \text{ N},$$

résultats voisins de ceux de la littérature [2].

Mais la mesure du paramètre de maille de l'acier F (0,12 % N) hypertrempé donne :

$$a = 3,5976 \text{ \AA}$$

soit le même paramètre que l'acier E moins riche en Azote et moins riche en Molybdène, élément substitutionnel de grande taille.

Plusieurs mesures effectuées sur les aciers E et H dans les états hypertrempés et vieillis, soit polis mécaniquement avec précaution, soit polis électrolytiquement, ont donné des valeurs assez dispersées, de plus fonction de l'orientation de l'échantillon.

Ceci s'explique, à notre sens, par la forte inhomogénéité des aciers 316L grain à grain, et par l'influence de la texture. L'inhomogénéité, souvent rapportée dans la littérature [3,4,5], est confirmée par notre étude de microscopie en transmission : celle-ci montre que d'un grain à l'autre, les états de précipitation et de déformation sont très variables.

Nous n'avons donc pas pu établir de corrélation entre le paramètre de maille mesuré et la teneur en éléments interstitiels.

Dans les aciers E et H, les états de précipitation, après vieillissements statiques à 600°C, sont analysés au microscope électronique en transmission.

Dans les deux aciers, à l'état vieilli 2000 H comme à l'état vieilli 10 000 H, on observe une précipitation importante, tant intergranulaire que intragranulaire. Il s'agit essentiellement de carbures ou carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$ (planche II.3).

Les carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$, de structure CFC ($a = 1,075 \pm 0,02$ nm) se présentent sous forme de plaquettes allongées dans les joints et plus équiaxes dans la matrice. Seule une analyse en composition permettrait de préciser les proportions de Carbone et d'Azote qu'ils renferment. Etant donnée la haute solubilité de l'Azote dans les aciers inoxydables austénitiques ($>0,1$ % au delà de 550°C), il est probable que très peu d'Azote remplace le carbone dans les carbures précipités dans l'acier E, tandis que cette proportion est vraisemblablement loin d'être négligeable dans l'acier H [5]. Les carbures ou carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$ intragranulaires sont en relation d'orientation cristallographique avec la matrice :

$$\{100\}_{\gamma} // \{100\}_{M_{23}(C,N)_6}$$

et

$$\langle 100 \rangle_{\gamma} // \langle 100 \rangle_{M_{23}(C,N)_6}$$

Les carbonitrures intergranulaires présentent cette même relation d'orientation avec l'un des grains adjacents. Les interfaces matrice - précipités intragranulaires sont dans des plans [111] .

Quelques autres phases sont rencontrées à l'état de traces, essentiellement de la phase χ et de la phase R.

La phase X est observée dans les deux aciers, dans la matrice comme aux joints de grains. De structure CC ($a = 0,89 \pm 0,02$ nm), elle se présente sous forme de sphères ou plaquettes de dimension moyenne $\bar{d} = 0,5$ μm . La phase X se rencontre généralement au contact de carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$, qui ont alors perdu leur cohérence avec la matrice (planche II.4).

La phase R est décelée dans l'acier E vieilli 2000 heures; sa localisation reste indéfinie (planche II.5). Il s'agit d'un composé intermétallique de structure HC ($a = 1,09 \pm 0,02$ nm; $c = 1,94 \pm 0,02$ nm). C'est un composé Fe - Cr - Mo dont la précipitation vers 600 - 700°C a été observée dans des aciers ferro- ou austéno- martensitiques riches en Mo [6,7,8]. Sa précipitation a également déjà été signalée dans les aciers 316 [9]. Sa présence s'explique par la teneur en Mo non négligeable dans ce type d'aciers (2 à 3 %).

Une troisième phase minoritaire n'a pu être identifiée jusqu'ici. Elle se caractérise par une structure CFC en relation d'orientation avec la matrice, de paramètre $a = 1,25 \pm 0,02$ nm.

Bien qu'ils soient couramment rencontrés dans les aciers 316 - 316L [3,4,5,10,11,12,13] nous n'avons pas mis en évidence de carbures M_6C , ni de phases intermétalliques η et σ . De même malgré la forte teneur en Azote de l'acier H, nous n'avons pas rencontré les nitrures Cr_2N , qu'observent Tùma et al. [11] sur des aciers 316N et 316LN vieillis à 650°C.

La séquence de précipitation $M_{23}C_6$ - phase X observée dans les aciers type 316 - 316L est expliquée par Weiss et Stickler [3], et confirmée par d'autres auteurs [14,15]. La sursaturation initiale de la matrice en interstitiels entraîne la diffusion de ceux-ci vers les éléments métalliques qui en sont avides, et qui ont ségrégué aux

sites de germination. Ces sites de germination, dans l'ordre d'efficacité décroissante, sont : les joints de grains; les joints de macles incohérents; les joints de macles cohérents; les défauts intragranulaires (dislocations, fautes d'empilement). Il y a alors précipitation de carbures $M_{23}C_6$, et abaissement progressif de la teneur en Carbone dans la matrice. Parallèlement à la précipitation des carbures $M_{23}C_6$, mais après un plus long temps de maintien étant donnée la plus faible mobilité des atomes métalliques qui la composent, la phase χ précipite, provoquant un appauvrissement local de la matrice en Cr et Mo. Cet appauvrissement, joint à la perte de la matrice en interstitiels de Carbone, augmente de manière significative la solubilité du Carbone dans l'austénite. Les carbures $M_{23}C_6$ se redissolvent alors, entraînant un enrichissement local de la matrice en Cr et Mo. Les zones enrichies agissent en sites de germination pour la phase χ . Ceci explique pourquoi après un certain temps, une saturation apparaît dans la précipitation des carbures $M_{23}C_6$, qui coïncide avec un fort accroissement de la précipitation de la phase χ , et pourquoi la phase χ apparaît plus fréquemment au contact des carbures.

Cette séquence de précipitation semble vérifiée dans nos aciers, même si les carbures $M_{23}C_6$ sont vraisemblablement remplacés par des carbonitrures.

Etant donné notre échantillonnage limité, nous n'avons pu étudier la cinétique de précipitation des carbonitrures. Dans les 316 (Z6CND17-12), Lai et Meshkat [14] ont étudié les cinétiques de précipitation de la phase χ à 750°C et 815°C, et de la phase $M_{23}C_6$ à 625°C.

Les échantillons hypertrempés ou vieillis à 600°C, ne sont pas exempts de toute déformation initiale. En raison de leur mode d'élaboration, tous ces aciers et états présentent une densité initiale de dislocations non négligeable répartie de manière inhomogène. La présence des dislocations et la nature et la sensibilité de la méthode d'observation employée expliquent la détection intragranulaire des carbures et de la phase χ beaucoup plus précoce que celle rapportée par Weiss et Stickler [3] dans un acier 316L. Ces résultats confirment ceux obtenus par Taillard et Pineau sur deux aciers 316L dont un pratiquement identique à l'acier E [16] (figure II.1.2).

Le tableau II.1.4 donne une idée de la taille et de la répartition des carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$ observés. Les résultats ainsi présentés méritent quelques commentaires. La précipitation intragranulaire de carbonitrures présente une légère hétérogénéité, provenant de la répartition inhomogène des dislocations dans la matrice. Elle est néanmoins beaucoup plus homogène dans l'acier E que dans l'acier H. Dans l'acier H, on distingue des zones à forte et à faible densité de précipités. L'espacement moyen $\bar{\Delta}$ rapporté dans le tableau est celui rencontré dans les régions denses. La matrice est donc constituée de zones dures et de zones molles.

		Intragranulaires		intergranulaires	
		\bar{d} (nm)	$\bar{\Delta}$ (nm)	\bar{d} (nm)	$\bar{\Delta}$ (nm)
E	V	60	400	200x100	80
	VV	80	350	130x360	60
H	V	45	>800	260x100	60
	VV	85x55	>250	560x150 180x65	60 12

Tableau II.1.4

Estimation des tailles moyennes \bar{d} et espacements moyens $\bar{\Delta}$ des précipités $M_{23}(C,N)_6$ rencontrés dans les aciers E et H vieillis

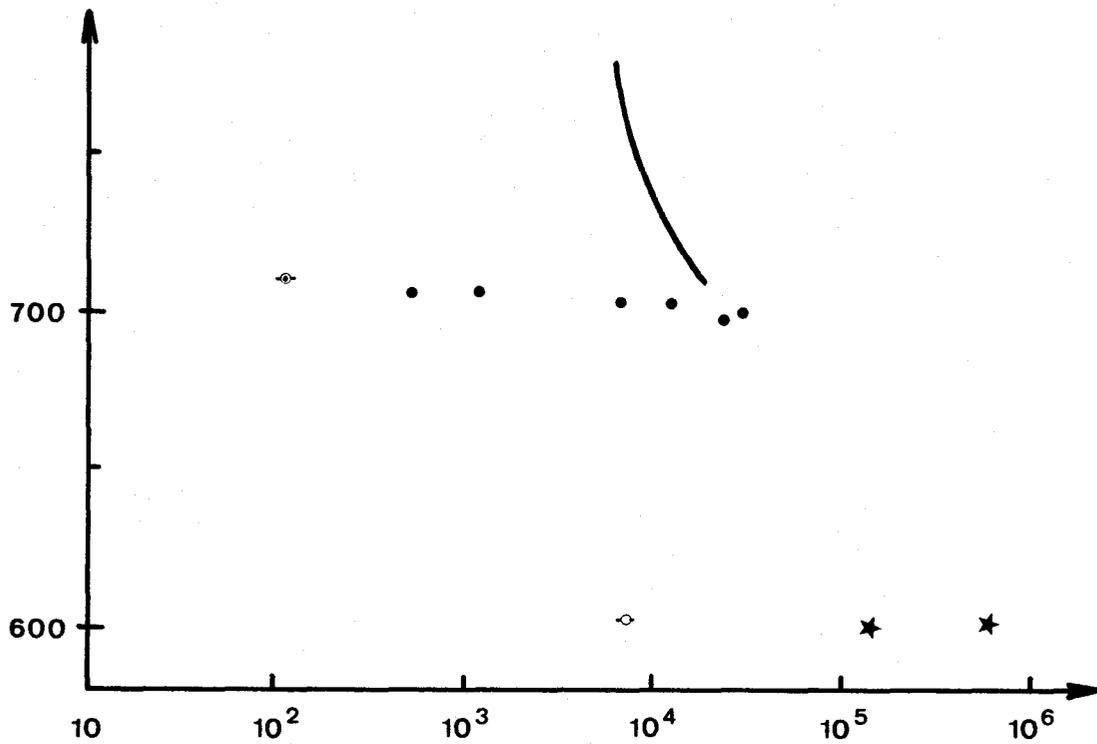


Figure II.1.2

Précipitation intragranulaire des carbures M₂₃C₆

limite d'apparition dans un acier 316L (0,023 % C, N non analysé) mis en solution 1 h) 1090°C puis vieilli (d'après [3]).

Résultats d'analyse chimique

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none">● existence de M₂₃C₆○ traces de M₂₃C₆○ absence de M₂₃C₆
★ présence de M₂₃(C,N)₆ | <ul style="list-style-type: none">déTECTÉ par microscopie électronique en transmission dans un acier 316L (0,022 % C, 0,08 % N) après vieillissement statique (d'après [16])
déTECTÉ par microscopie électronique en transmission déTECTÉE dans l'acier E (0,026 % C; 0,08 % N) (présente étude) |
|--|---|

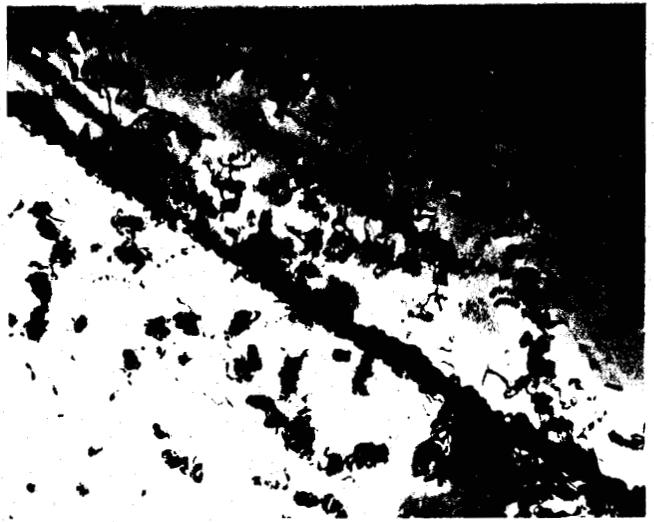
Dans les deux aciers E et H, les précipitations tant inter- que intragranulaires sont bien sûr d'autant plus intenses que la durée du vieillissement augmente.

La précipitation intergranulaire n'est pas parfaitement homogène. Les joints de grains décorés présentent un profil accidenté.

Dans l'acier E-V, les plages observées au MET montrent environ 60 % de joints décorés de manière discontinue; les autres 40 % sont propres. Dans l'acier E-VV, on observe environ 40 % de joints décorés de manière continue, 40 % décorés de manière discontinue et 20 % de joints propres (planche II.6). Les dimensions données dans le tableau II.1.4 représentent une estimation moyenne des dimensions observées dans les grains décorés.

Dans l'acier H-V, une grande majorité des joints (≈ 80 %) est décorée de précipités. Cette décoration est pratiquement continue dans l'acier H-VV (planche II.7) et concerne quasiment tous les joints.

-a-



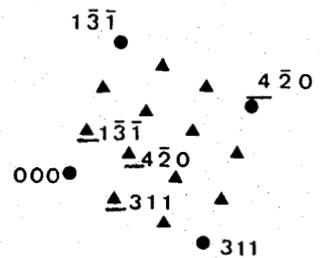
-b-



10 μ m

-c-

-d-



● matrice γ

▲ $M_{23}C_6$

Coupe $[12\bar{5}]_{\gamma}$

Coupe $[12\bar{5}]_{M_{23}C_6}$

Planche II - 3

Précipitation inter - et intragranulaire
de carbonitrides $M_{23} (C,N)_6$ dans l'acier E
vieilli 10 000 h à 600°C.

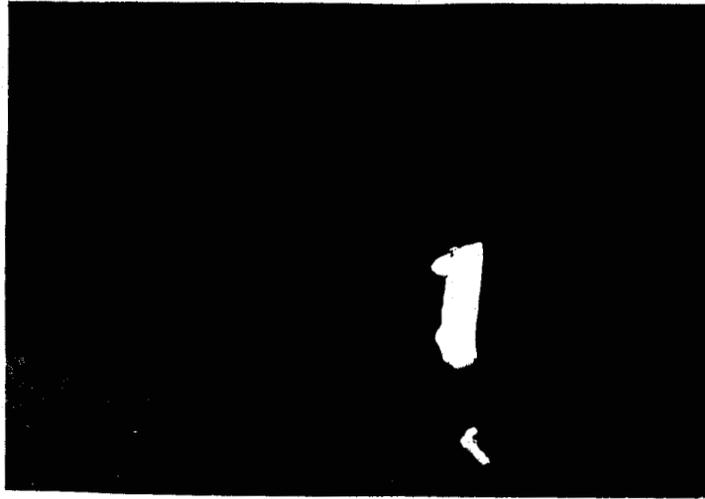
a - image en champ clair.

b - image en champ sombre.

c - diagramme de diffraction.

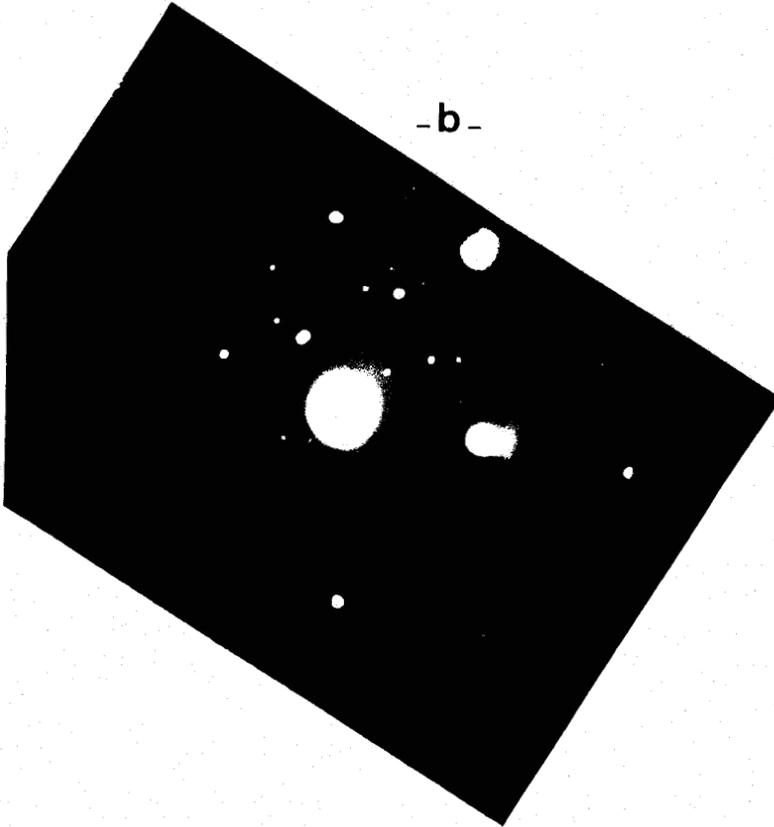
d - interprétation du diagramme de diffraction.

-a-

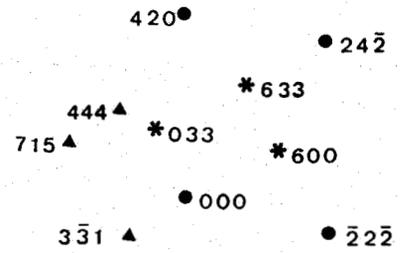


0,4 μm

-b-



-c-



• matrice γ

* phase χ

▲ $M_{23}C_6$

Coupe $[1\bar{2}3]_{\gamma}$

Coupe $[01\bar{1}]_{\chi}$

Coupe $[\bar{1}\bar{2}3]_{M_{23}C_6}$



Planche II-4

Phase χ précipitée au contact d'un
 carbonitrure $M_{23} (C, N)_6$ dans l'acier H
 vieilli 2 000 h à 600°C.

- a -



- b -

● matrice γ_1

○ matrice γ_2

* phase R

▲ $M_{23}C_6$

✱ ferrite α

Coupe $[\bar{5}5.2]_R$

Coupe $[011]_{M_{23}C_6}$

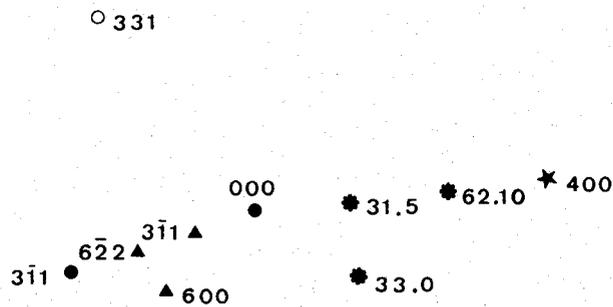
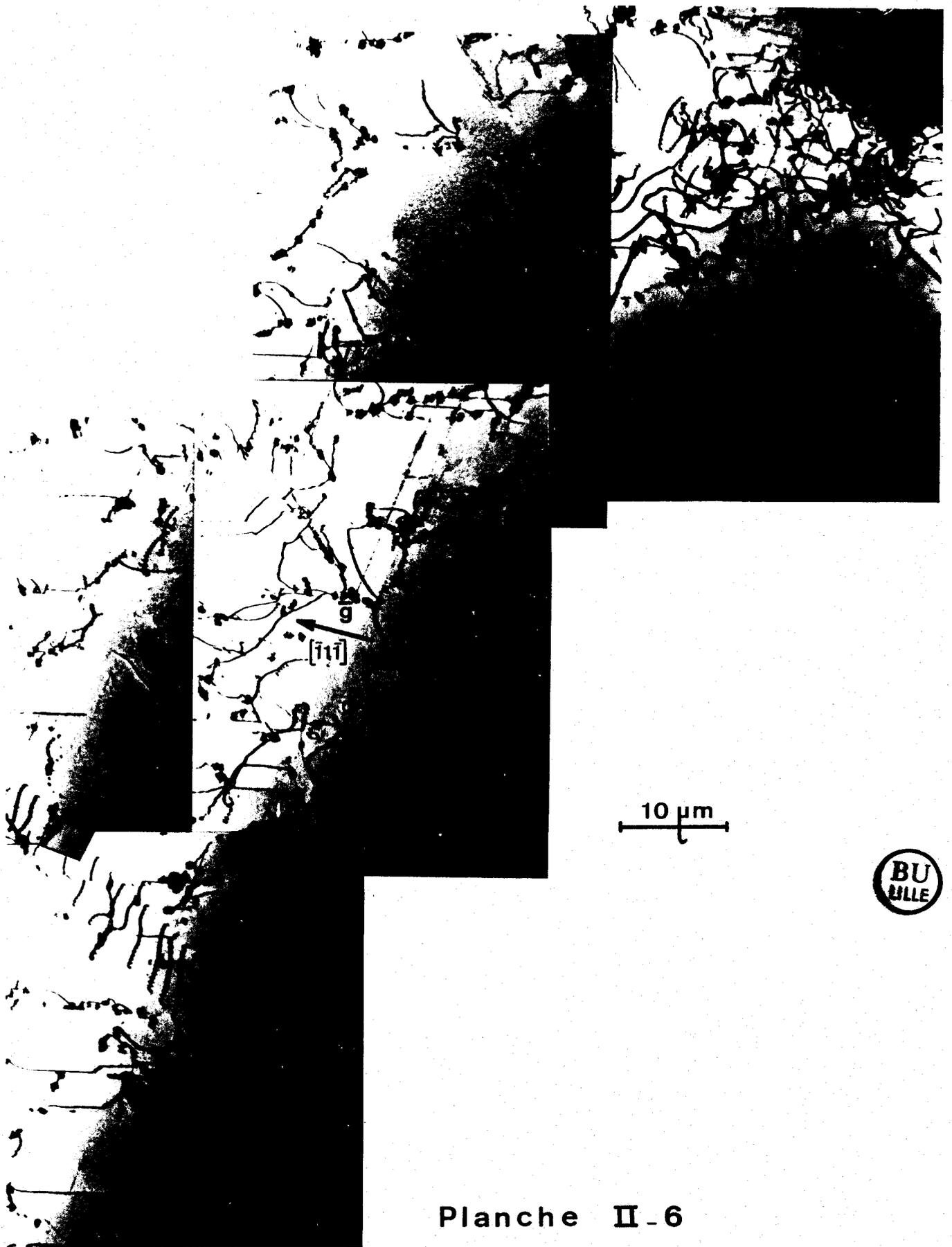


Planche II - 5

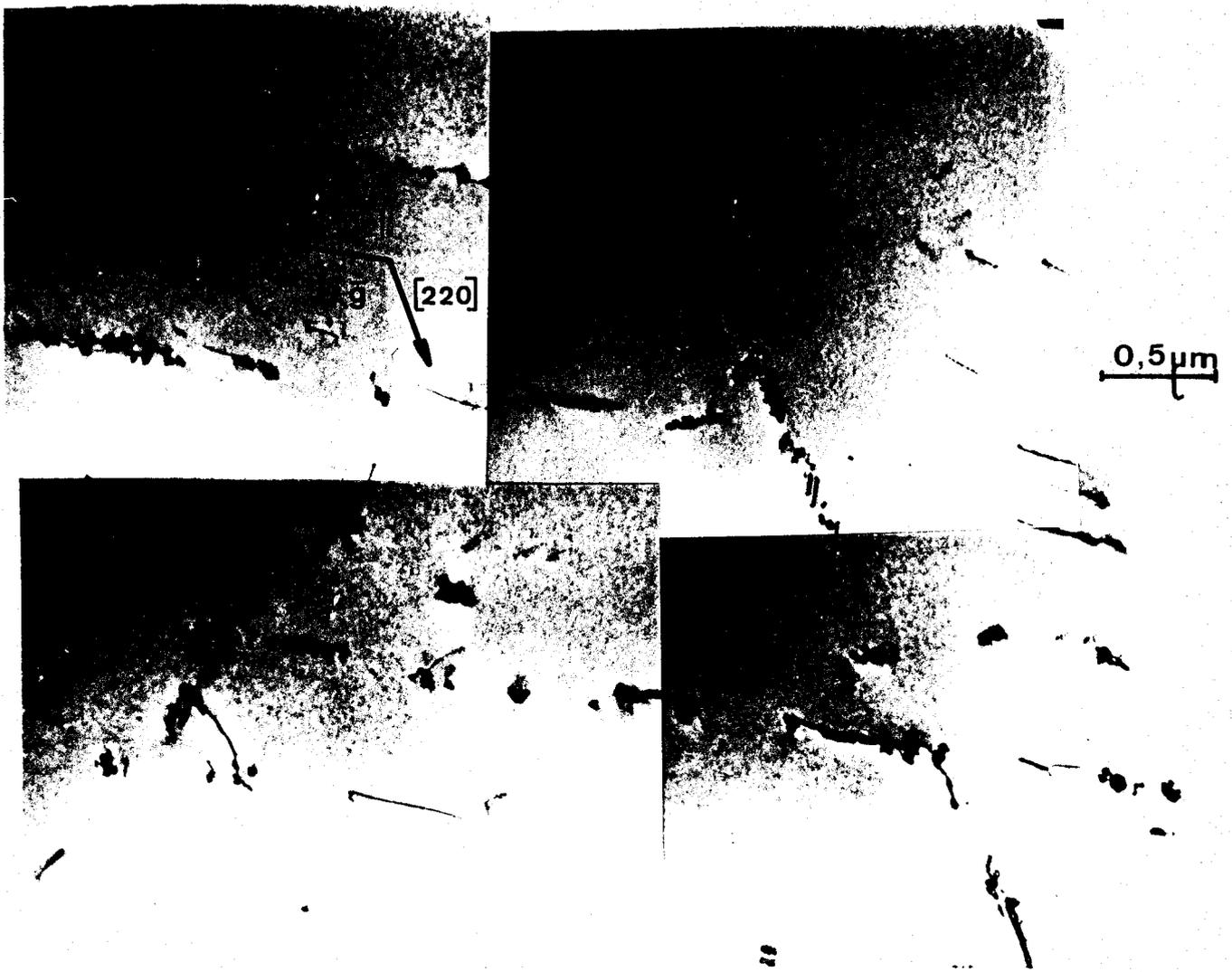
Diagramme de diffraction montrant la présence de phase R et de carbonitrures $M_{23}(C,N)_6$ dans l'acier E vieilli 2 000 h à 600°C.

a - diagramme

b - interprétation.



Précipitation intragranulaire de carbonitrides
 $M_{23}(C,N)_6$ dans l'acier E vieilli 10 000 h à 600°C
(image en champ clair).

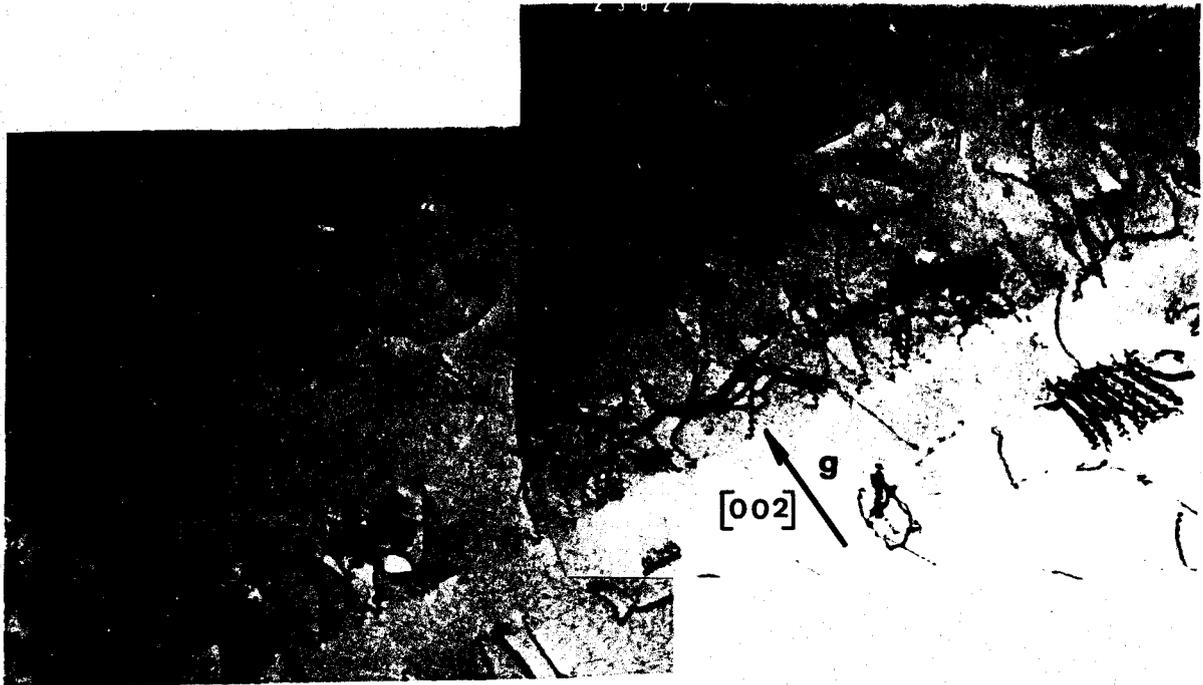


BU
LILLE

Planche II-7-a

Précipitation intragranulaire de carbonitrides
 $M_{23} (C,N)_6$ dans l'acier H vieilli 2 000 h à 600°C
(images en champ clair).

Zone de précipitation non uniforme.



0,5 μm



Planche II-7-b

Etat de précipitation intragranulaire dans l'acier H vieilli

2000 h à 600°C

Zone quasiment exempte de précipités

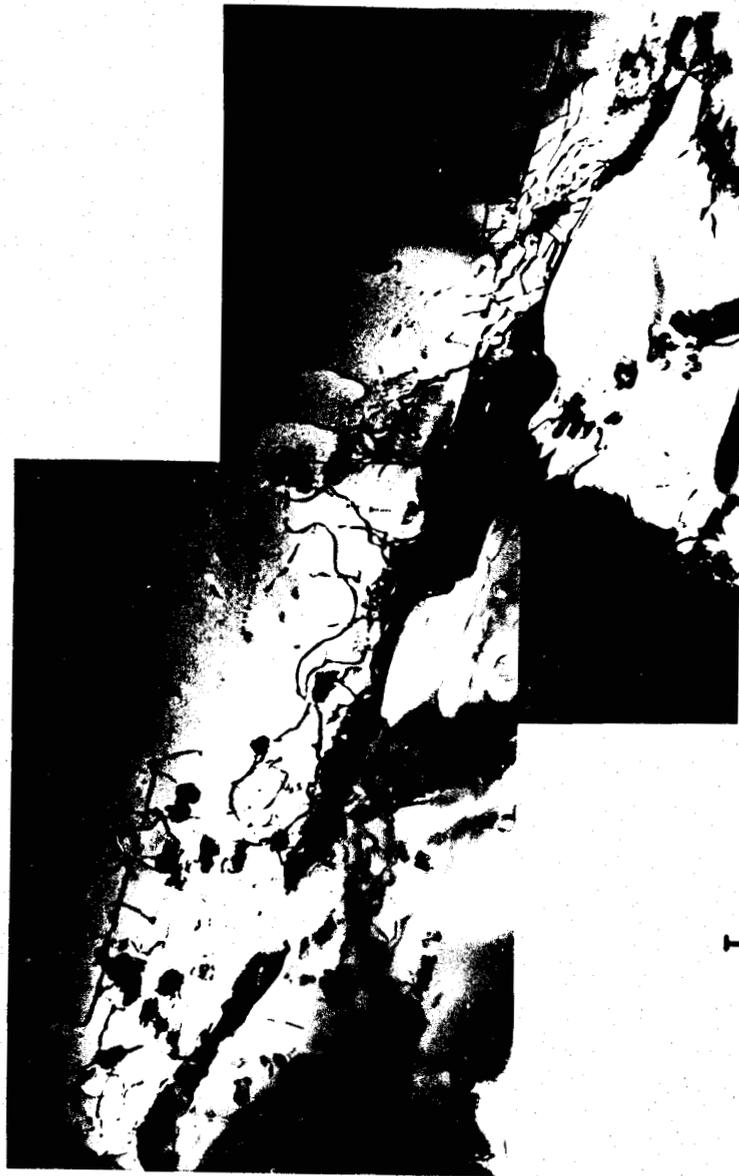


Planche II -7-c

Précipitation intergranulaire de carbonitrides
 $M_{23} (C,N)_6$ dans l'acier H vieilli 10 000 h à 600°C
(image en champ clair).

II.2. PROGRAMME D'ESSAIS

Notre campagne d'essais comporte des mesures à température ambiante sur tous les matériaux et tous les traitements thermiques étudiés, et des essais à 600°C sur les aciers E et H exclusivement. Les notations employées sont définies sur la figure II.2.1.

II.2.1. ESSAIS A TEMPERATURE AMBIANTE

Le programme à température ambiante comporte :

- deux essais de traction monotone pilotés en déformation totale imposée à la vitesse de déformation constante :

$$\dot{\epsilon}_1 = 4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$$

couramment employée dans les essais de fatigue, pour chaque acier et chaque traitement thermique étudié; et pour la première série d'aciers, un essai à la vitesse :

$$\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} \text{s}^{-1}$$

conforme à la norme NF A 03-151 relative aux essais de traction, pour chaque acier.

- un essai d'écrouissage cyclique par paliers successifs croissants de variation de déformation totale imposée, en cycle triangulaire alterné ($R_\epsilon = \frac{\epsilon_{\min}}{\epsilon_{\max}} = -1$) à la vitesse de déformation totale $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$, aux différents niveaux de variation de déformation totale :

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

pour chaque acier hypere trempé, à raison de 50 cycles par niveau, correspondant à une bonne stabilisation de la contrainte.

FIGURE II.2.1.

DEFINITION DES NOTATIONS ET PARAMETRES UTILISES EN TRACTION ET EN FATIGUE

a) EPROUVETTE

l_0 = longueur initiale du corps d'essai
 $l = l_0(1 + \Delta l)$ = longueur pour un allongement Δl
 l_u = longueur ultime (à rupture)
 d_0 = diamètre initial

S_0 = section initiale
 d = diamètre pour un allongement Δl
 S = section pour un allongement Δl
 S_u = section ultime (à rupture)

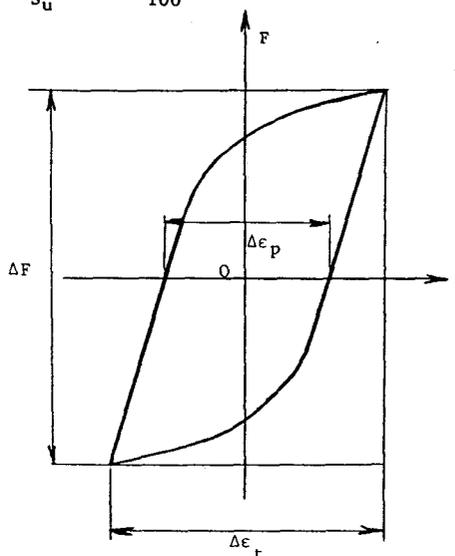
b) ESSAI DE TRACTION

E = module d'élasticité (N/mm²)
 ν_e = coefficient de Poisson élastique
 ν_p = coefficient de Poisson plastique
 F = charge appliquée
 $Re_{0,0002}$ (N/mm²)
 $Re_{0,002}$ (N/mm²) grandeurs conventionnelles
 R_m (N/mm²) définies selon la norme
 A (%) NF A.03.151
 Z (%)
 K coefficient et n exposant de la loi d'écroutissage monotone $\sigma_v = K \epsilon_p^n$

$\sigma = \frac{F}{S_0}$ contrainte
 $\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ déformation
 $\sigma_v = \frac{F}{S} = \sigma(1+\epsilon)$ contrainte rationnelle ou vraie
 $\epsilon_v = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1+\epsilon)$ déformation rationnelle ou vraie
 σ_f = contrainte vraie à rupture
 $\epsilon_f = \ln \frac{S_0}{S_u} = \ln \left(\frac{100-Z}{100} \right)$ ductilité vraie à rupture

c) ESSAI DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

$\dot{\epsilon}_t$ = 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 valeurs au cycle stabilisé
 $\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2}$ amplitude de contrainte conventionnel
 $\epsilon_a = \frac{\Delta \epsilon}{2}$ amplitude de déformation



$\left(\frac{\Delta \sigma}{2} \right)_0$ = amplitude de contrainte initiale
 $\left(\frac{\Delta \sigma}{2} \right)_{\max}$ = amplitude de contrainte maximale au cours du cyclage

C_p coefficient et c exposant de la loi de Manson-Coffin $\Delta \epsilon_p = C_p N_R^{-c}$
 C_e coefficient et b exposant de la loi de Basquin $\Delta \epsilon_e = C_e N_R^{-b}$
 K' coefficient et n' exposant de la loi d'écroutissage cyclique $\sigma_a = K' \epsilon_{pa}^{n'}$
 D coefficient, d exposant de la loi d'endurance $\sigma_a = D N_R^{-d}$

N_R = nombre de cycles à rupture
 N_T = nombre de cycles à la transition ($\Delta \epsilon_e = \Delta \epsilon_p$)
 N = nombre de cycles

Nota : les valeurs rationnelles (indice v) sont obtenues comme dans l'essai de traction.

Pour les essais conduits jusqu'à ± 2 %, on confond généralement ϵ et ϵ_v

d) UNITES

charges en N, contraintes en MPa(N/mm²), déformations en %, longueurs en mm, sections en mm².

- des essais de fatigue plastique oligocyclique en déformation totale imposée en cycle triangulaire alterné ($R_{\epsilon} = -1$) à la vitesse de déformation totale :

$$\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} s^{-1}$$

aux niveaux de variation de déformation totale imposée :

$$\Delta\epsilon_t = 0,6 ; 1 ; 1,6 \text{ et } 2,5 \%$$

à raison d'au moins deux éprouvettes par niveau pour chaque matériau et chaque traitement thermique étudié.

II.2.2. ESSAIS A 600°C

Le programme à 600°C, concerne les aciers E et H. Il comporte :

- deux essais de traction monotone pilotés en déformation totale imposée à la vitesse de déformation constante

$$\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} s^{-1}$$

pour chaque traitement étudié

- des essais de fatigue plastique oligocyclique en déformation totale imposée en cycle triangulaire alterné ($R_{\epsilon} = -1$) à la vitesse de déformation totale

$$\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3} s^{-1}$$

pour $\Delta\epsilon_t = 0,6 ; 1 ; 1,6 \%$

à raison de 2 éprouvettes par niveau pour chacun des aciers dans chaque état vieilli et deux essais à $\Delta\epsilon_t = 1,6 \%$ sur l'acier H hypere trempé.

N.B. Les essais à température ambiante sur les aciers hypere trempés ont été menés en collaboration avec J.B.VOGT [17] ainsi que la mise au point des essais à chaud [18].

II.3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

La description du dispositif expérimental (machine, éprouvettes, montages de traction et montages de fatigue, à température ambiante et à haute température) et leurs évolutions au cours de cette étude, a fait l'objet d'une note technique [18] qui est rapportée intégralement en Appendice.



II.4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Par souci de clarté des tableaux de résultats, comme de l'interprétation qui en sera faite ultérieurement, l'évolution de certaines caractéristiques mécaniques en fonction de la composition d'une part, du traitement thermique et de la température d'autre part, apparaîtra dans des tableaux différents, au risque de quelques répétitions.

II.4.1. RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION MONOTONE.

Les résultats des essais de traction à température ambiante, sur tous les aciers hypere trempés, à savoir :

la limite élastique à 0,02 % Re_{0,02} %
 la limite élastique à 0,2 % Re_{0,2} %
 la contrainte à rupture R_m
 l'allongement à rupture A
 et le coefficient de striction Σ

aux vitesses $\dot{\epsilon}_1 = 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} s^{-1}$
 sont rassemblés dans le tableau II.4.1.

ACIER	Re _{0,02} % (MPa)		Re _{0,2} % (MPa)		R _m (MPa)		A (%)		Σ (%)	
	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$
A	190	240	280	275	580	580	40	44	74	-
B	250	225	270	260	625	635	-	56	-	77
C	195	205	280	275	575	585	46	51	74	77
D	240	205	270	240	605	560	39	45	75	81
E	235	-	280	-	580	-	39	-	-	-
F	285	275	325	315	610	605	34	37	79	76
G	335	295	365	345	685	655	32	39	70	73
H	340	-	380	-	700	-	33	-	75	-

Tableau II.4.1.

Caractéristiques de traction monotone à température ambiante
 des aciers hypere trempés

Ces mêmes caractéristiques à température ambiante et à 600°C concernant les aciers E et H hypere trempés et vieillis sont rassemblées dans le tableau II.4.2.

ACIER	Traitement thermique	Re _{0,02} % (MPa)		Re _{0,2} % (MPa)		R _m (MPa)		A %	
		20°C	600°C	20°C	600°C	20°C	600°C	20°C	600°C
E	HT	200	-	275	127	570	440	-	68
	V	250	135	295	155	600	435	33	57
	VV	260	160	300	180	620	435	32	60
H	HT	330	-	375	210	710	525	34	69
	V	355	200	400	240	745	540	30	53
	VV	300	260	400	305	755	540	24	38

Tableau II.4.2.

Caractéristiques de traction monotone à température ambiante et à 600°C des aciers E et H, hypere trempés et vieillis ($\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3}s^{-1}$)

Les courbes conventionnelles de traction monotone à la vitesse $\dot{\epsilon}_t = 4.10^{-3}s^{-1}$ et à température ambiante sont définies pour tous les aciers hypere trempés sur la figure II.4.1, et pour les aciers E et H hypere trempés et vieillis, respectivement sur les figures II.4.2 et II.4.3.

II.4.2. RESULTATS DES ESSAIS DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique, à savoir :

- la variation de déformation totale imposée $\Delta\epsilon_t$
 - la variation de déformation plastique imposée $\Delta\epsilon_p$
 - la variation de déformation élastique imposée $\Delta\epsilon_e$
- définies au cycle stabilisé

Figure II.4.1.
Traction monotone à 20°C de tous les aciers hypere trempés

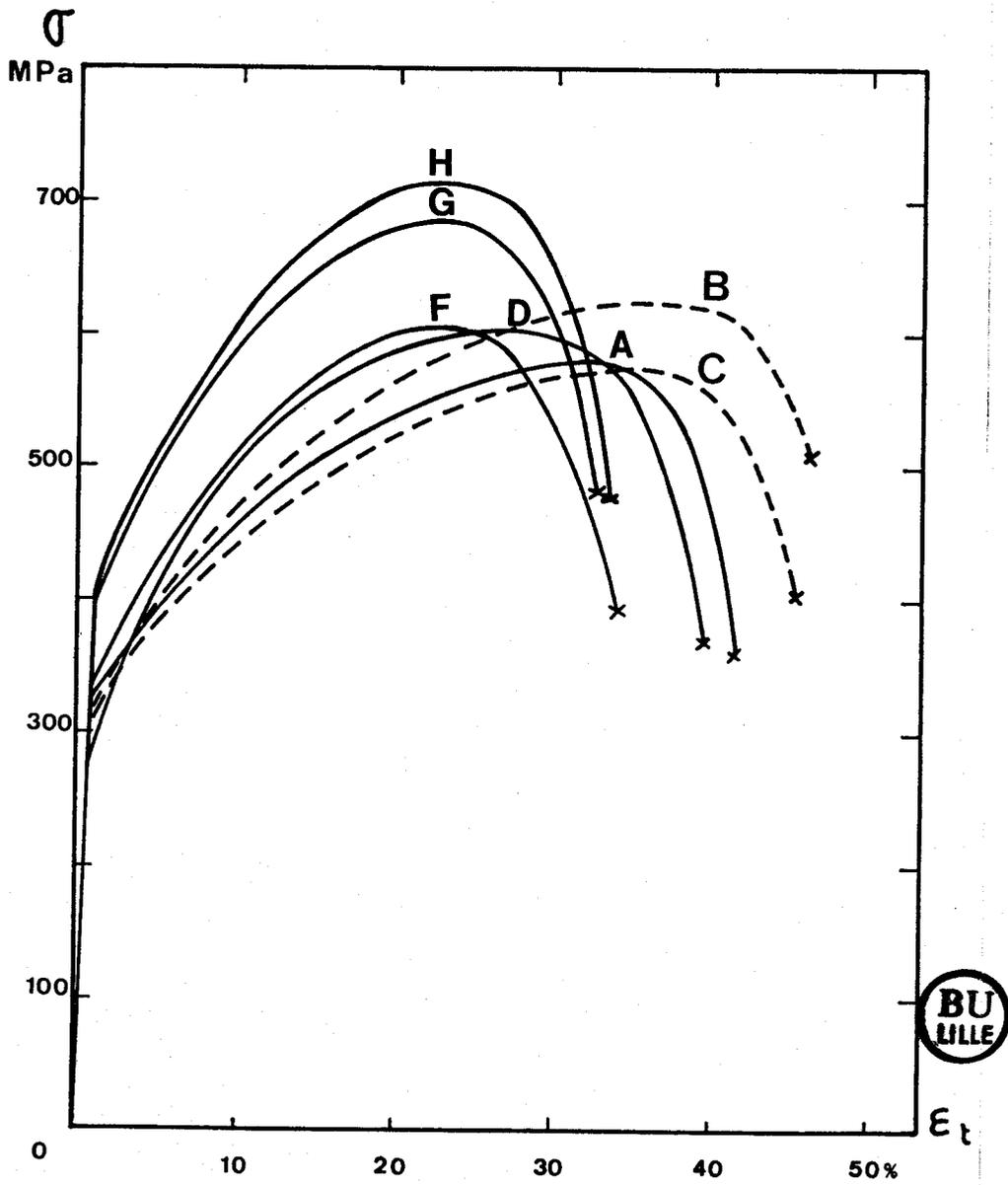


Figure II.4.2.
Traction monotone à 20 et 600°C de l'acier E

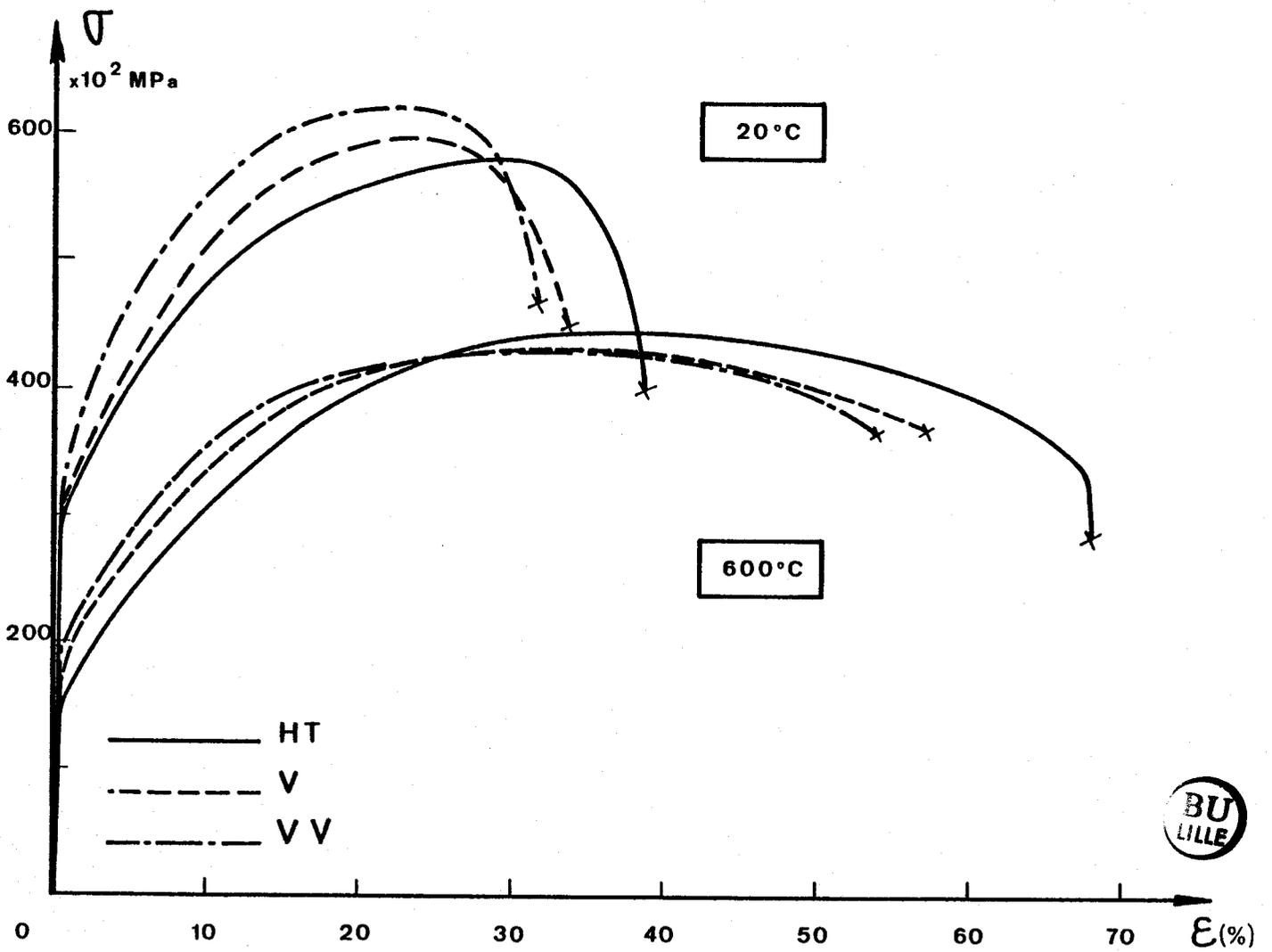
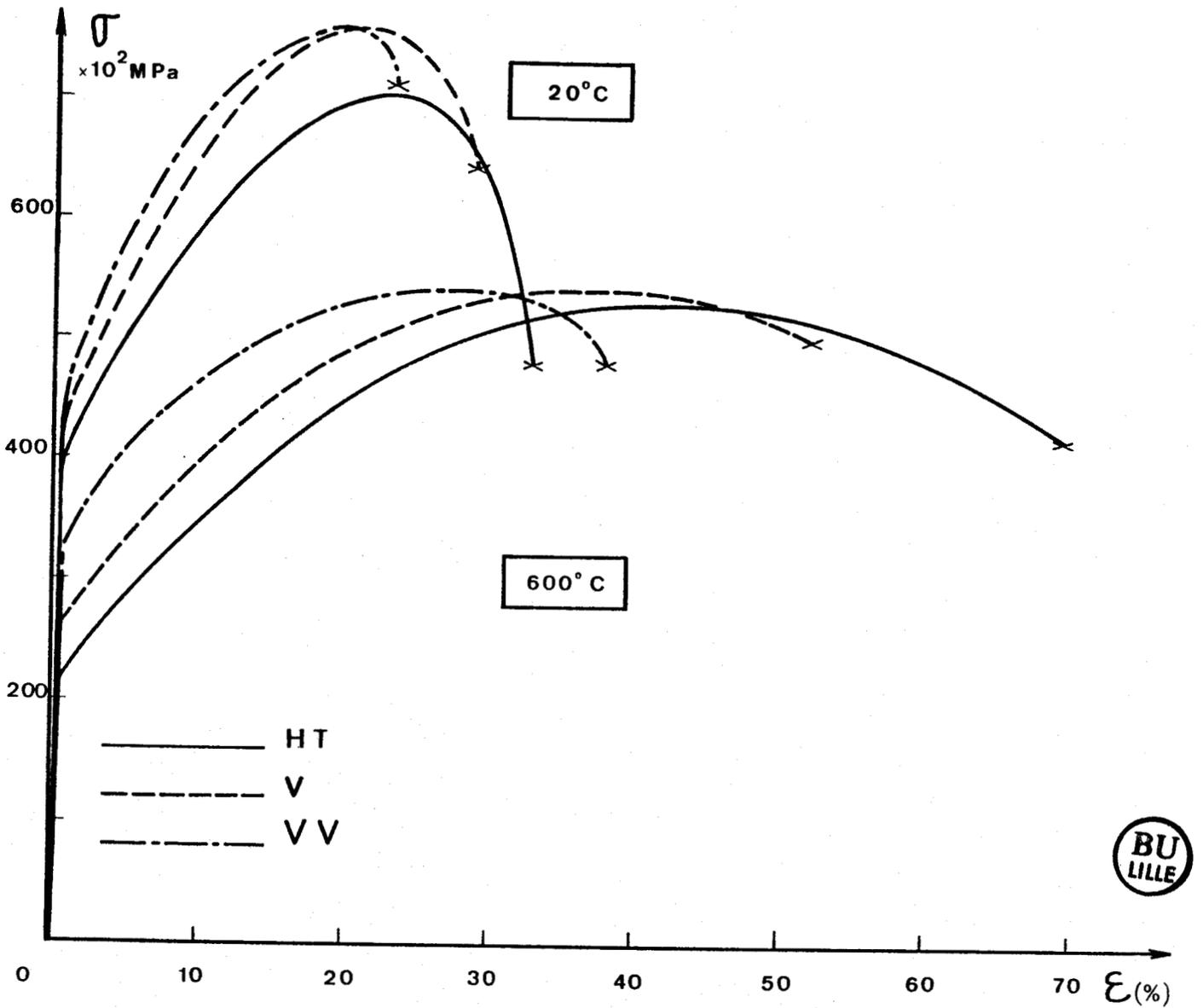


Figure II.4.3.
Traction monotone à 20 et 600°C de l'acier H



- le nombre de cycles à rupture	N_R
- l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé	$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_a$
- l'amplitude de contrainte maximale au cours du cyclage	$\frac{\Delta\sigma_{max}}{2}$
et - l'amplitude de contrainte au premier quart de cycle en traction	$\frac{\Delta\sigma_0}{2}$

sont consignés dans le tableau II.4.3 pour les essais à température ambiante, et dans le tableau II.4.4 pour les essais à 600°C sur les aciers E et H vieillis.

Le cycle stabilisé est défini à 20 % de la durée de vie N_R dans les essais à température ambiante, et à 50 % de N_R dans les essais à 600°C.

Le critère de ruine est la rupture complète de l'éprouvette dans la majorité des cas, et correspond à une chute de 25 % de la contrainte lorsque la propagation est particulièrement longue ($\approx 40 \% N_R$).

II.4.3. CONSOLIDATIONS MONOTONE ET CYCLIQUE

Les courbes de consolidation cyclique, définissant la correspondance entre amplitude de contrainte et amplitude de déformation totale au cycle stabilisé, sont comparées aux courbes de traction monotone (qui correspondent au premier quart de cycle en fatigue) sur les figures II.4.4.A.a à HVV-a à température ambiante pour tous les aciers et traitements thermiques et II.4.5-EV-a, HV-a, EVV-a et HVV-a à 600°C pour les aciers E et H vieillis. Sur ces figures sont tracées également les courbes d'érouissage cyclique par paliers successifs, lorsque les essais par paliers successifs ont pu être menés.

Tableau II.4.3.

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	



Tableau II.4.3. (suite)

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 II.4.3. (suite et fin)

Résultats des essais de fatigue oligocyclique
à température ambiante,
des aciers hypertrempés
et des aciers vieillis

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)
E VV	1	0,972	0,652	0,320	8555	309	347	324
	2	0,974	0,674	0,300	9319	305	343	322
	3	1,564	1,200	0,364	1692	387	427	340
	4	0,572	0,324	0,248	35514	271	324	319
	5	1,564	1,196	0,368	2057	370	383	343
	6	0,572	0,330	0,242	31852	260	306	305
	7	2,440	1,970	0,470	606	466	485	373
	8	2,450	1,980	0,470	730	469	502	370
H VV	1	0,976	0,648	0,328	10984	371	444	444
	2	0,972	0,630	0,342	10129	368	438	434
	3	1,560	1,140	0,420	3424	416,5	473	444
	4	1,560	1,152	0,408	2603	436	492	470
	5	0,576	0,284	0,292	48145	319	402	402
	6	0,576	0,288	0,288	48138	328	412	412
	7	2,450	1,910	0,540	827	520	562	486
	8	2,440	1,905	0,535	954	511,5	555	486



Tableau II.4.4.
Résultats des essais de fatigue oligocyclique à 600°C

NUANCE	N° essai	$\Delta\varepsilon_t$ %	$\Delta\varepsilon_p$ %	$\Delta\varepsilon_e$ %	N_R	$\frac{\Delta\sigma}{2}$ (MPa)	$\frac{\Delta\sigma}{2}$ max (MPa)	$(\frac{\Delta\sigma}{2})_o$ (MPa)
E V	1	0,584	0,334	0,250	3434	220	220	132
	2	0,578	0,344	0,236	2760	252	277	180
	3	0,988	0,568	0,420	1175	300	310	220
	4	0,988	0,572	0,416	1212	317	317	225
	5	0,992	0,560	0,432	1040	297	305	195
	6	1,576	1,118	0,468	160	389	389	153
	7	1,572	1,104	0,468	208	378,5	382	158
E VV	1	0,580	0,314	0,266	3070	211	211	159
	2	0,586	0,340	0,246	2164	219	219	159
	3	0,992	0,648	0,344	840	284	286	187
	4	0,996	0,632	0,364	690	290	291	162
	5	1,576	1,228	0,348	166	367	377,5	178
	6	1,568	1,144	0,424	156	357	370	181
	7	1,576	1,148	0,428	191	350,5	352	180
H V	1	0,580	0,244	0,336	5740	257	257	195
	2	0,582	0,276	0,306	4625	252	254,5	195
	3	0,988	0,512	0,476	940	325	345	272
	4	0,988	0,600	0,388	615	330	345	299
	5	0,988	0,512	0,476	760	375	377	310
	6	1,560	1,000	0,560	426	417	418	205
	7	1,580	1,104	0,476	87	465,5	517,5	219
H VV	1	0,578	0,252	0,326	4400	231	232	200
	2	0,582	0,302	0,280	2404	255	260	209
	3	0,988	0,600	0,388	852	310	315	200
	4	0,988	0,584	0,404	897	308	311	224
	5	1,580	1,148	0,432	60	465,5	510	250
	6	1,580	1,084	0,496	109	436	466,5	234



Les lois d'écrouissage monotone :

$$\sigma_v = K \epsilon_{pv}^n$$

où σ_v s'exprime en MPa et ϵ_{pv} en %, pour des déformations $0,1 < \epsilon_{pv} < 3$ % (où on peut confondre les contraintes et déformations vraies et conventionnelles), sont obtenues par lissage des points expérimentaux suivant une droite en coordonnées bilogarithmiques, par la méthode des moindres carrés. Les coefficients K et exposants n d'écrouissage sont rassemblés dans les tableaux II.4.5 et II.4.6 pour être comparés aux lois d'écrouissage cyclique.

La consolidation cyclique s'exprime également sous forme d'une loi puissance :

$$\sigma_a = K' \epsilon_{pa}^{n'}$$

à partir des grandeurs relatives aux cycles stabilisés; les coefficients K' et les exposants n' d'écrouissage cyclique sont fournis dans les tableaux II.4.5 et II.4.6 également.

Les courbes d'évolution des contraintes au cours du cyclage sont présentées sur les figures II.4.4.-A-b à HVV-b à température ambiante, et sur les figures II.4.5. EV-b à HVV-b à 600°C pour les aciers vieillis.

II.4.4. RESISTANCE A LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

Les courbes de résistance à la fatigue oligocyclique $\Delta \epsilon_t - N_R$, appelées encore Courbes de Manson-Coffin, sont analysées sous la forme :

$$\Delta \epsilon_t = \Delta \epsilon_p + \Delta \epsilon_e$$

où les variations de déformation plastique et élastique sont définies au cycle stabilisé.

Les courbes de variation de déformation plastique sont ajustées suivant la loi puissance proposée par Manson et Coffin [19,20].

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

Tableau II.4.5.
Coefficients et exposants d'érouissage monotone et cyclique
des aciers hypereuillés, à température ambiante

ACIERS	érouissage monotone		érouissage cyclique	
	K	n	K'	n'
A	321	0,113	447	0,263
B	314	0,082	477	0,349
C	322	0,093	446	0,255
D	305	0,089	504	0,422
E	322	0,074	415	0,312
F	358	0,070	467	0,305
G	406	0,061	474	0,308
H	416	0,061	471	0,256

Tableau II.4.6.
Coefficients et exposants d'érouissage monotone et cyclique
des aciers E et H hypereuillés et vieillis,
à température ambiante et à 600°C

Acier	Traitement thermique	20°C				600°C			
		Lois d'érouissage monotone		Lois d'érouissage cyclique		Lois d'érouissage monotone		Lois d'érouissage cyclique	
		K	n	K'	n'	K	n	K'	n'
E	HT	322	0,074	415	0,312	166	0,179	-	-
	V	329	0,088	433	0,309	198	0,168	500	0,434
	VV	362	0,106	454	0,314	214	0,153	433	0,384
H	HT	416	0,061	471	0,256	237	0,083	-	-
	V	435	0,062	469	0,237	280	0,097	526	0,362
	VV	468	0,078	503	0,241	353	0,092	494	0,401

**BU
LILLE**

et les courbes de variation de déformation élastique suivant la loi puissance proposée par Basquin [21]:

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

Des régressions linéaires en diagrammes bilogarithmiques, par la méthode des moindres carrés, permettent de déterminer les différents paramètres : C_p , c , C_e , b . Les lois obtenues sont rassemblées dans les tableaux II.4.7 et II.4.8.a, à température ambiante et à 600°C respectivement.

Les diverses courbes correspondantes, en diagrammes bilogarithmiques, sont représentées sur les figures II.4.4.A-c à HVV-c, à température ambiante, pour les différents aciers et traitements thermiques, et sur les figures II.4.5-EV-c à HVV-c, à 600°C, sur les aciers vieillis.

Les courbes d'endurance $\sigma_a - N_R$ (où σ_a est défini au cycle stabilisé) sont également ajustées par des lois puissances :

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

obtenues là encore par régressions linéaires en diagrammes bilogarithmiques suivant la méthode des moindres carrés; les lois obtenues sont données dans les tableaux II.4.7 et II.4.8.b.

Tableau II.4.7.
Lois de résistance à la fatigue des aciers hypertrempés,
à température ambiante

ACIER	Lois de Manson-Coffin	Lois 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	$\Delta\epsilon_t = 80,64 N_R^{-0,520} + 2,35 N_R^{-0,200}$	$\sigma_a = 1249 N_R^{-0,140}$



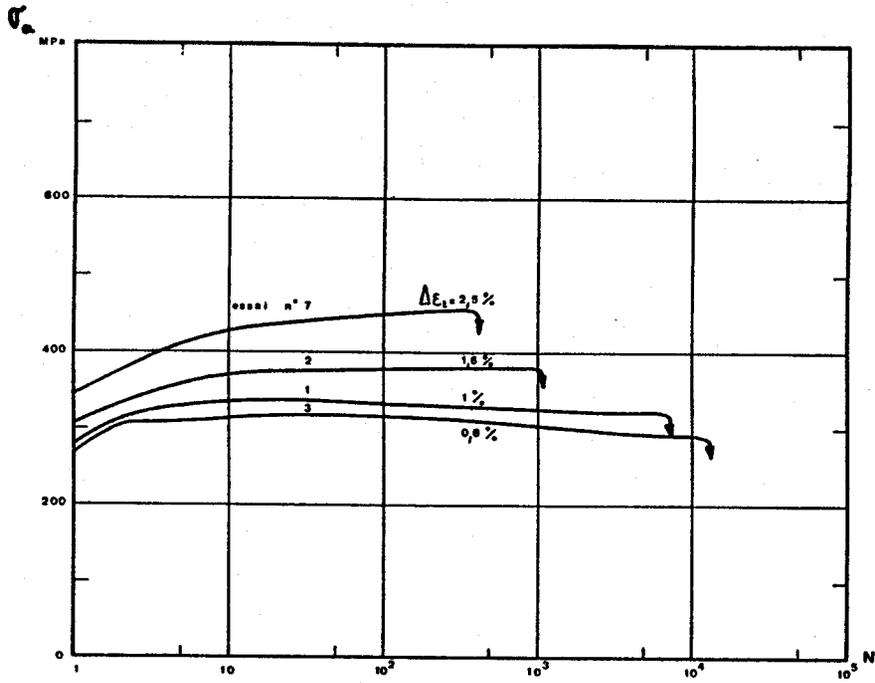
Tableau II.4.8.a.
Lois de Manson-Coffin des aciers E et H à 20 et 600°C

ACIER	Traitement thermique	20°C	600°C
E	HT	$\Delta \epsilon_t = 36,3 N_R^{-0,438} + 1,96 N_R^{-0,211}$	—
	V	$\Delta \epsilon_t = 47,7 N_R^{-0,480} + 1,78 N_R^{-0,197}$	$\Delta \epsilon_t = 9,54 N_R^{-0,408} + 1,42 N_R^{-0,197}$
	VV	$\Delta \epsilon_t = 35,9 N_R^{-0,447} + 1,26 N_R^{-0,157}$	$\Delta \epsilon_t = 12,7 N_R^{-0,460} + 0,887 N_R^{-0,151}$
H	HT	$\Delta \epsilon_t = 80,6 N_R^{-0,520} + 2,35 N_R^{-0,200}$	—
	V	$\Delta \epsilon_t = 57,7 N_R^{-0,486} + 1,59 N_R^{-0,163}$	$\Delta \epsilon_t = 7,23 N_R^{-0,385} + 0,927 N_R^{-0,116}$
	VV	$\Delta \epsilon_t = 49,4 N_R^{-0,474} + 1,46 N_R^{-0,154}$	$\Delta \epsilon_t = 5,73 N_R^{-0,360} + 0,727 N_R^{-0,101}$

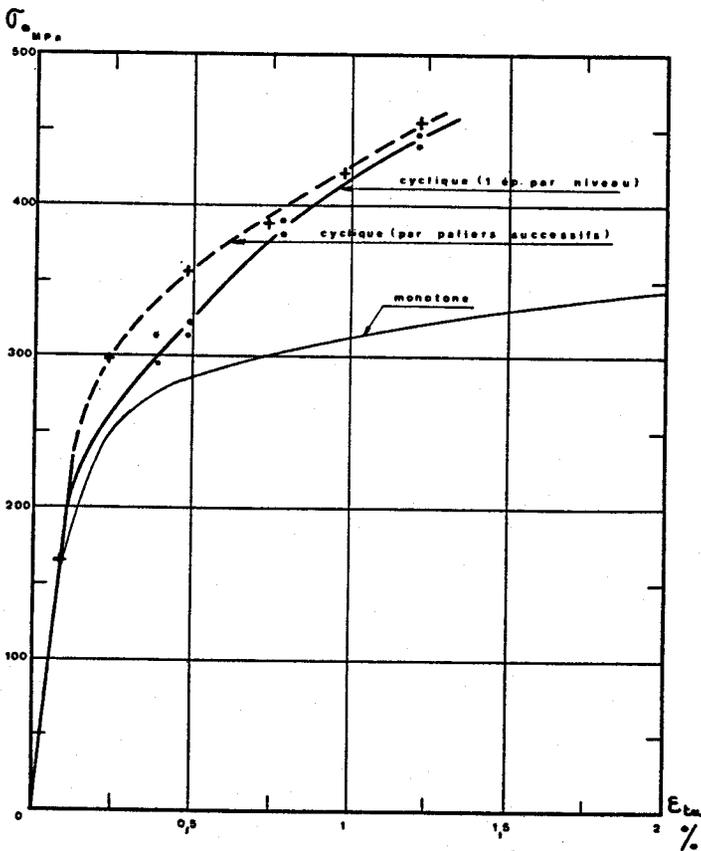
Tableau II.4.8.b.
Lois d'endurance des aciers E et H à 20 et 600°C

ACIER	Traitement thermique	20°C	600°C
E	HT	$\sigma_a = 1340 N_R^{-0,165}$	-
	V	$\sigma_a = 1174 N_R^{-0,150}$	$\sigma_a = 932,5 N_R^{-0,166}$
	VV	$\sigma_a = 1135 N_R^{-0,142}$	$\sigma_a = 928 N_R^{-0,183}$
H	HT	$\sigma_a = 1249 N_R^{-0,140}$	-
	V	$\sigma_a = 1070 N_R^{-0,118}$	$\sigma_a = 966 N_R^{-0,155}$
	VV	$\sigma_a = 1103 N_R^{-0,116}$	$\sigma_a = 936 N_R^{-0,166}$

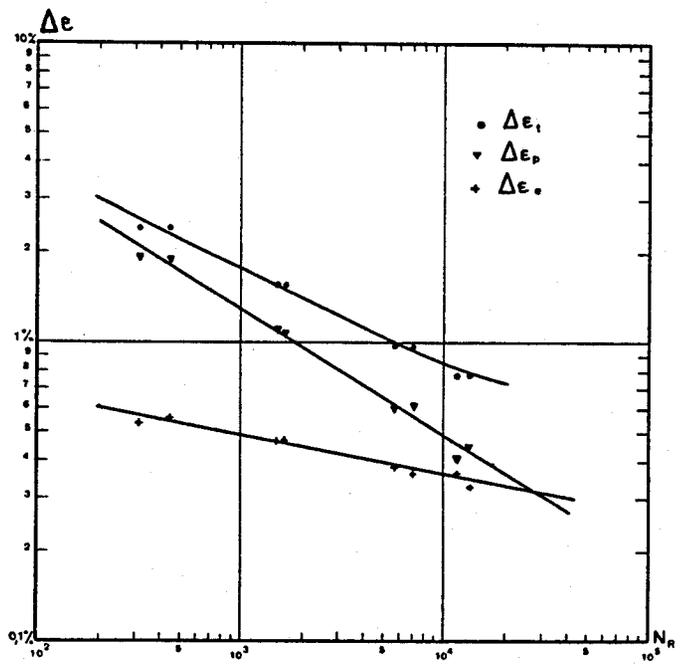




a) évolution des contraintes



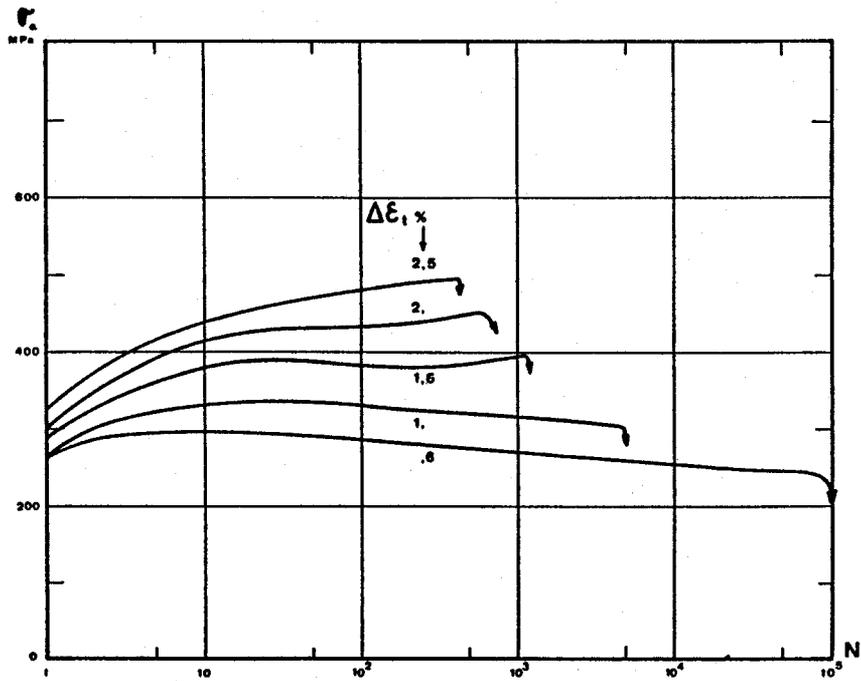
b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



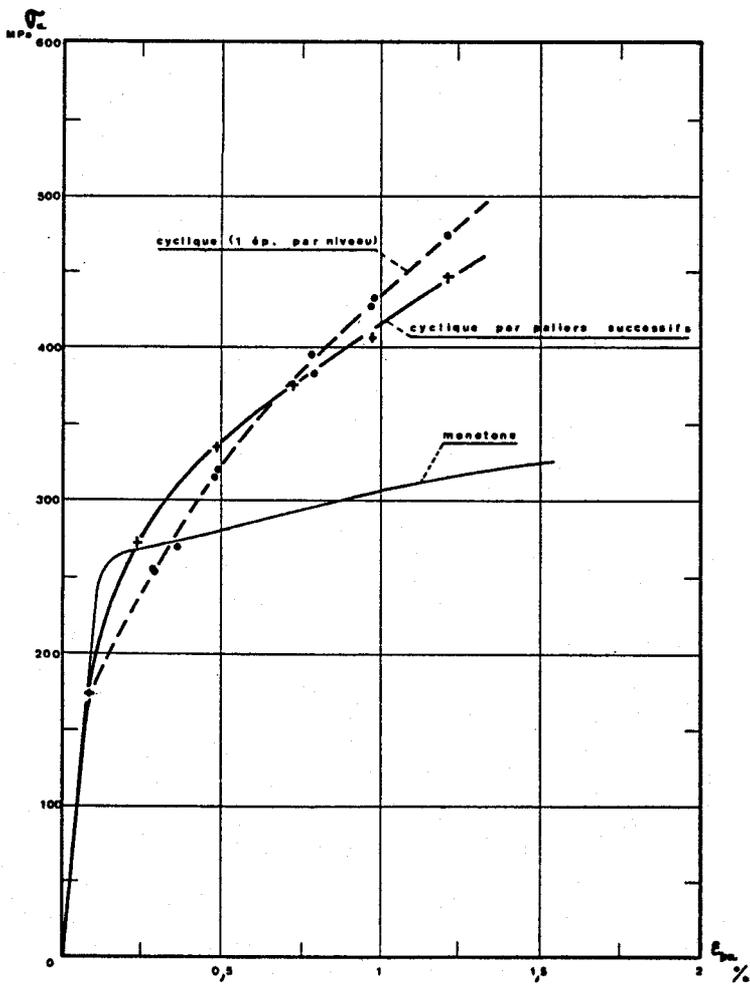
c) courbes de Manson-Coffin



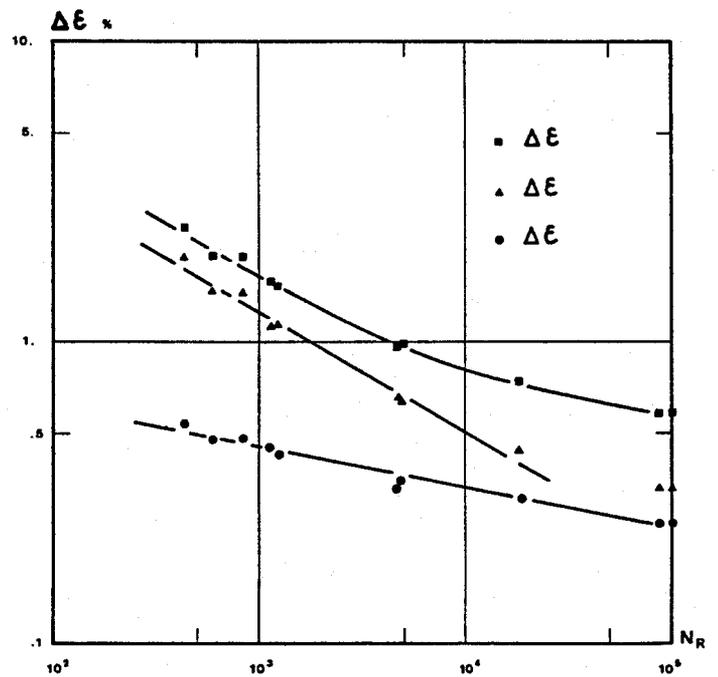
Figure II.4.4. A à 20°C



a) évolution des contraintes



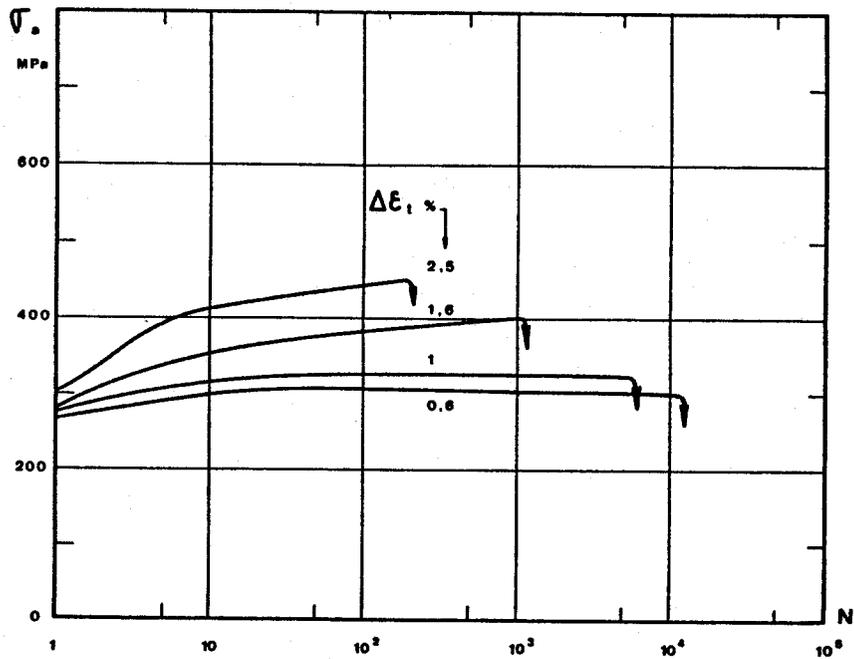
b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



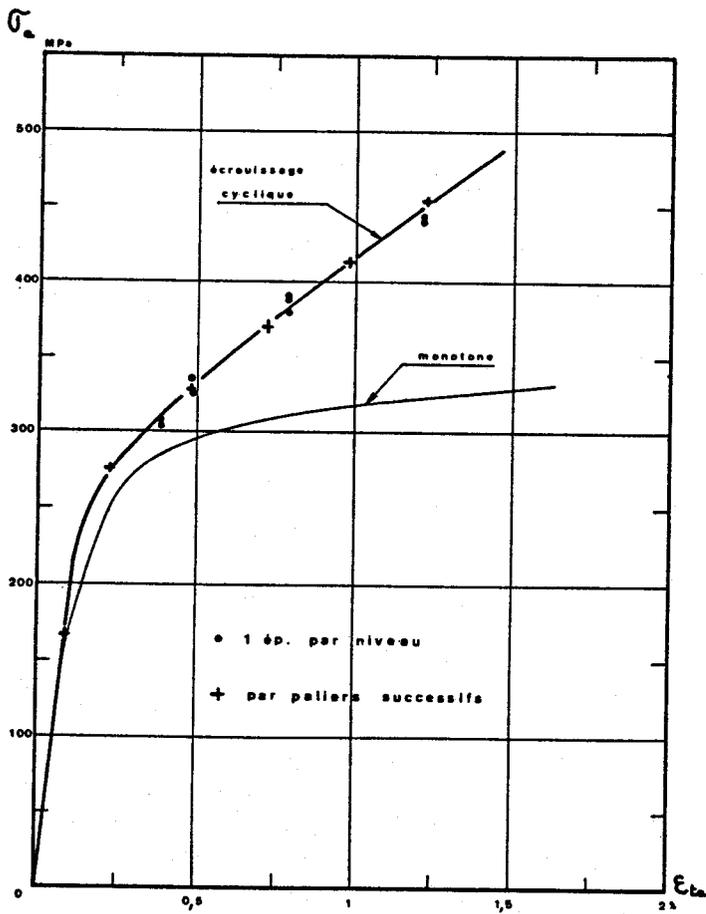
c) courbes de Manson-Coffin



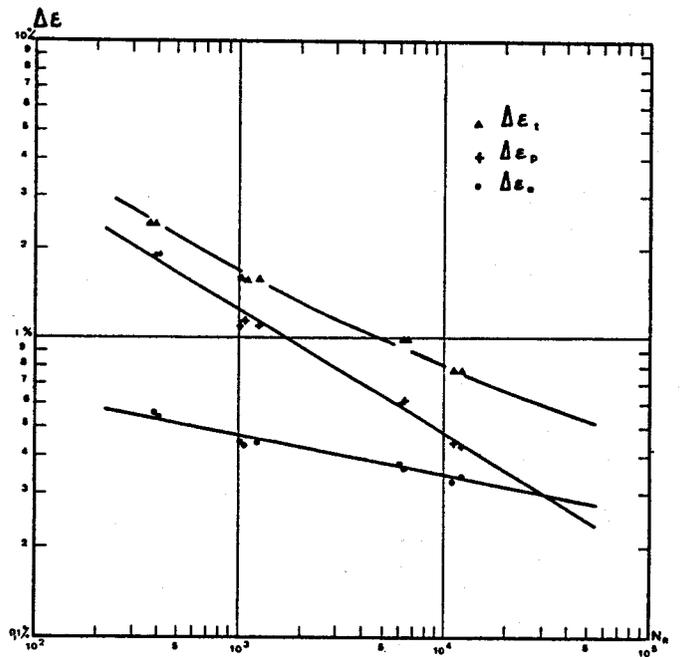
Figure II.4.4. B à 20°C



a) évolution des contraintes



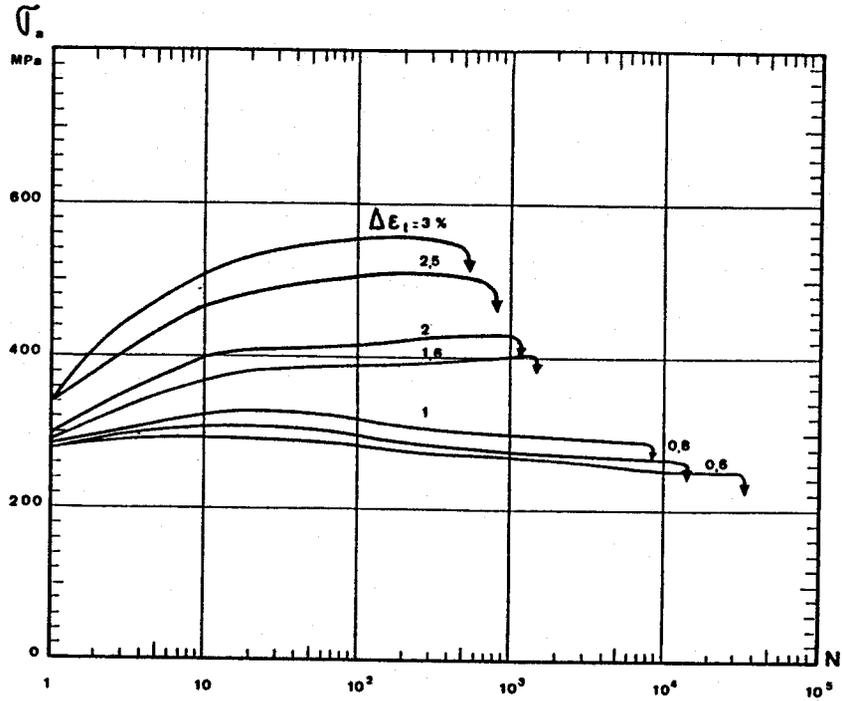
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



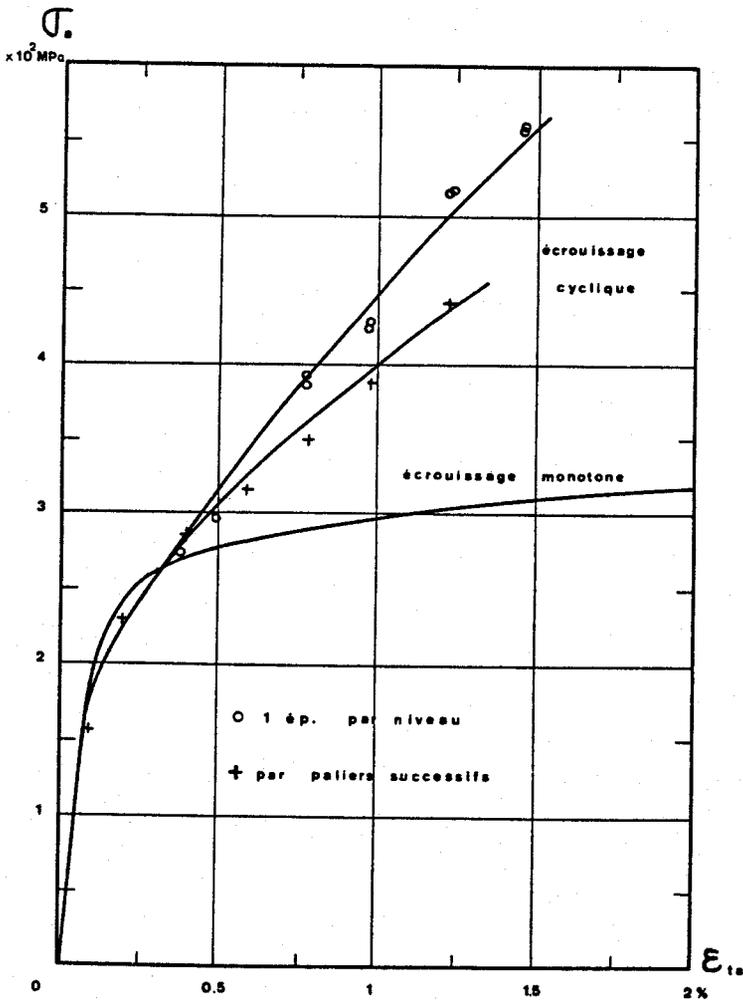
c) courbes de Manson-Coffin



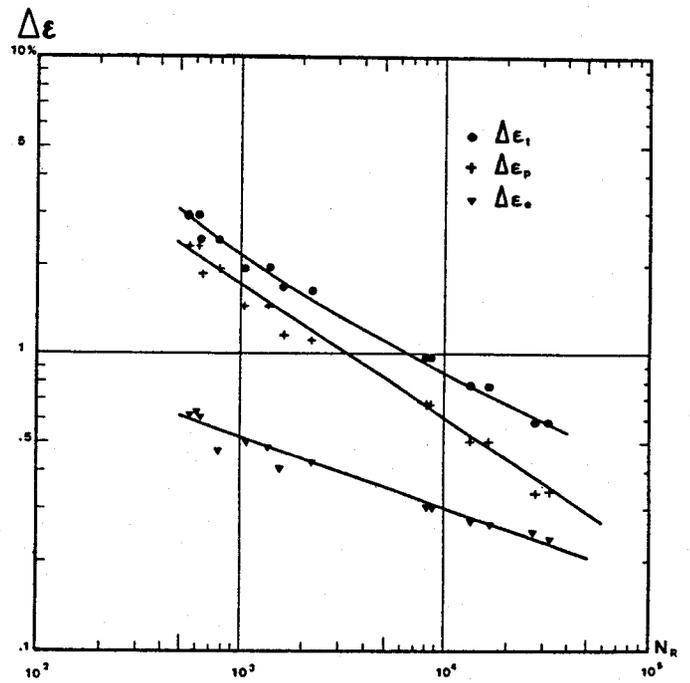
Figure II.4.4. C à 20°C



a) évolution des contraintes



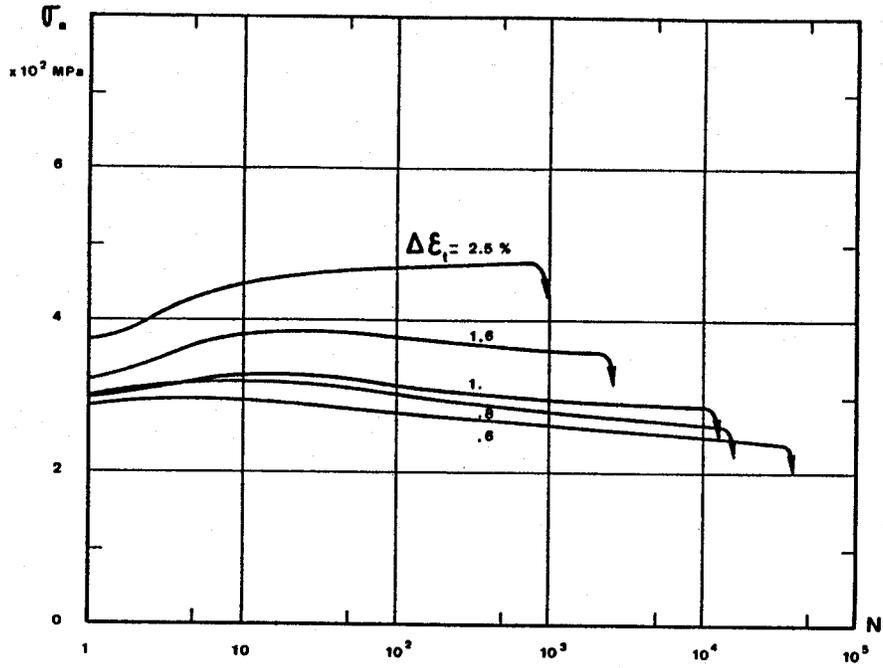
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



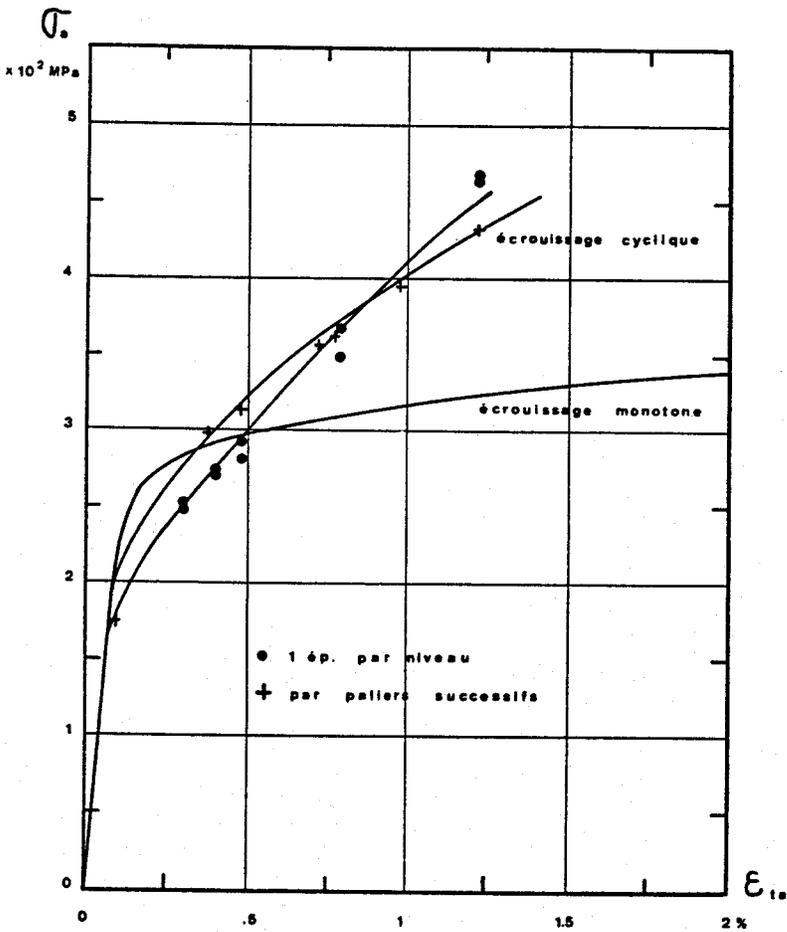
c) courbes de Manson-Coffin



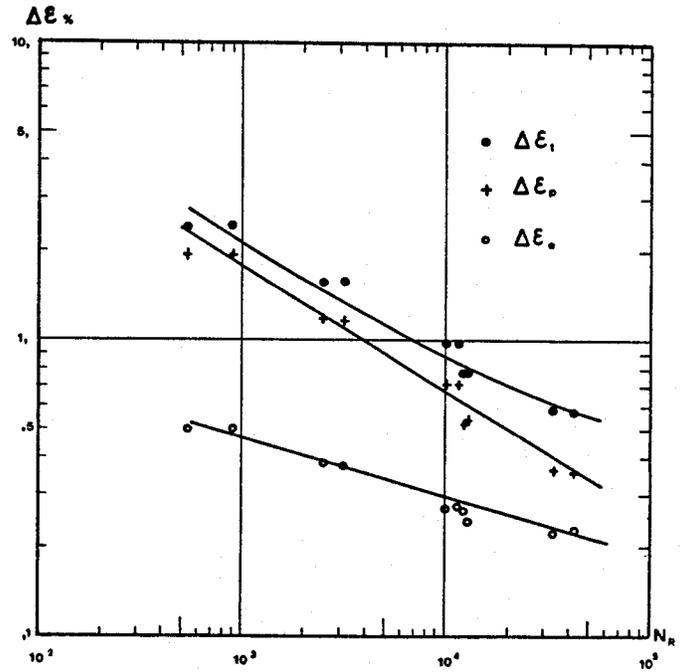
Figure II.4.4. D à 20°C



a) évolution des contraintes



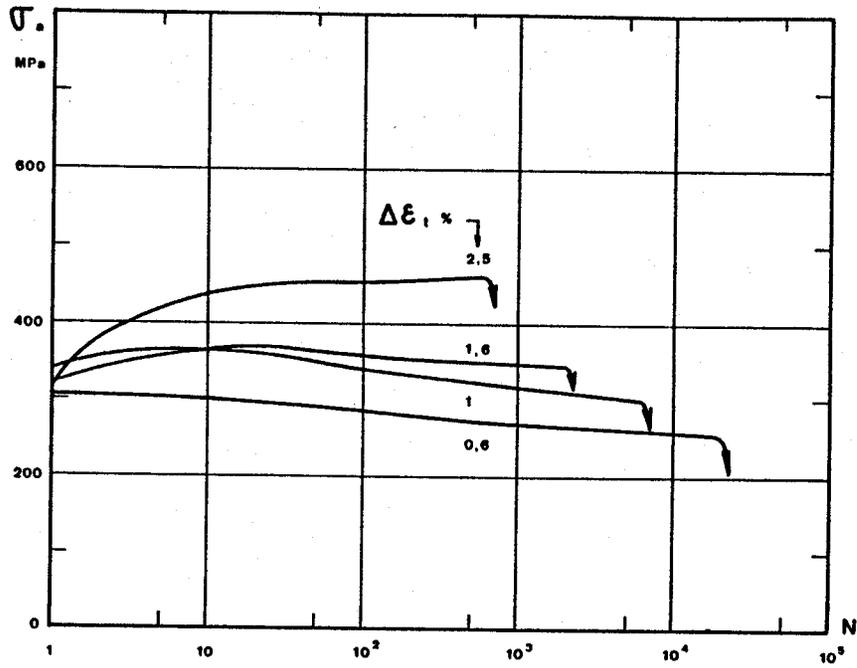
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



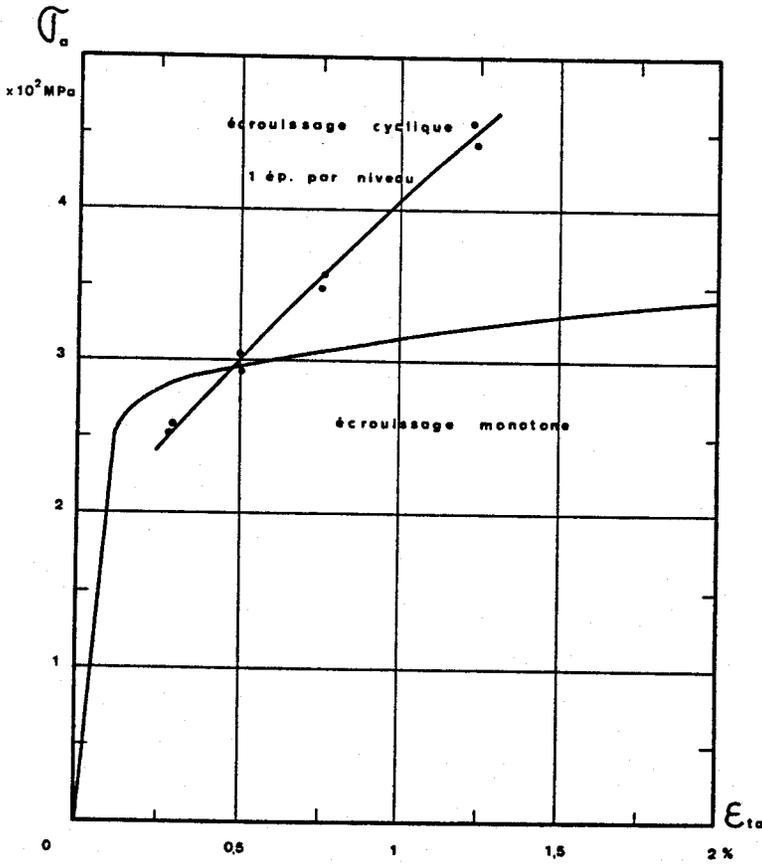
c) courbes de Manson-Coffin



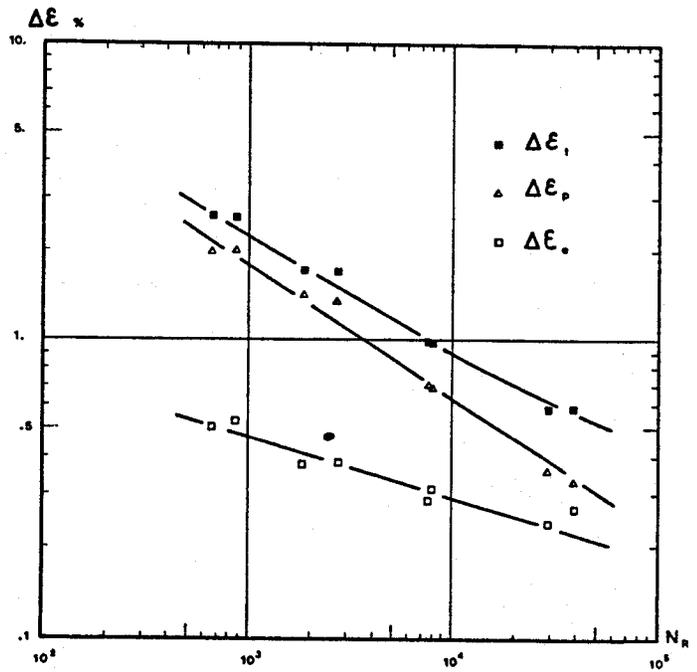
Figure II.4.4. E-HT à 20°C



a) évolution des contraintes



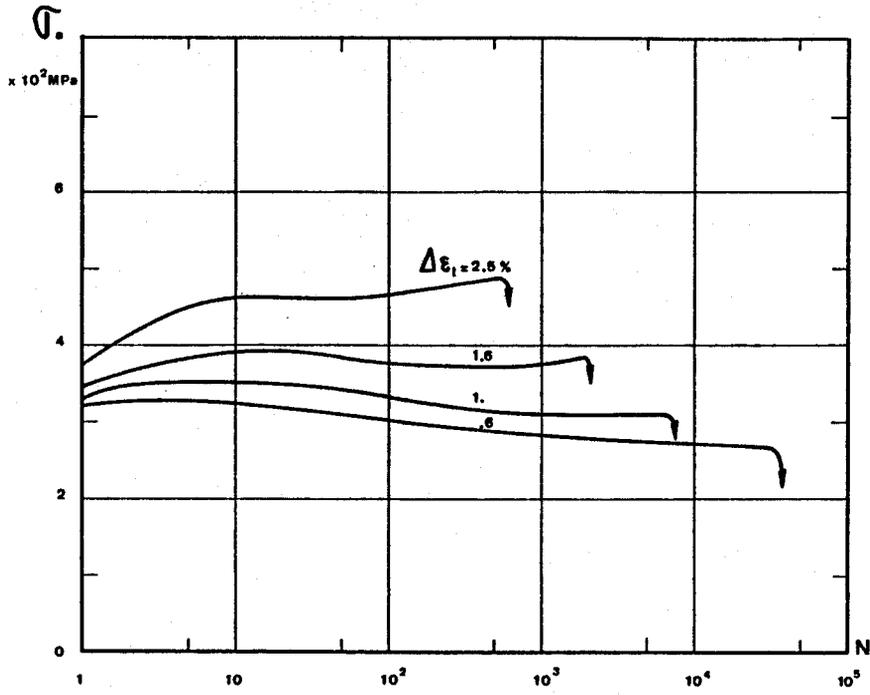
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



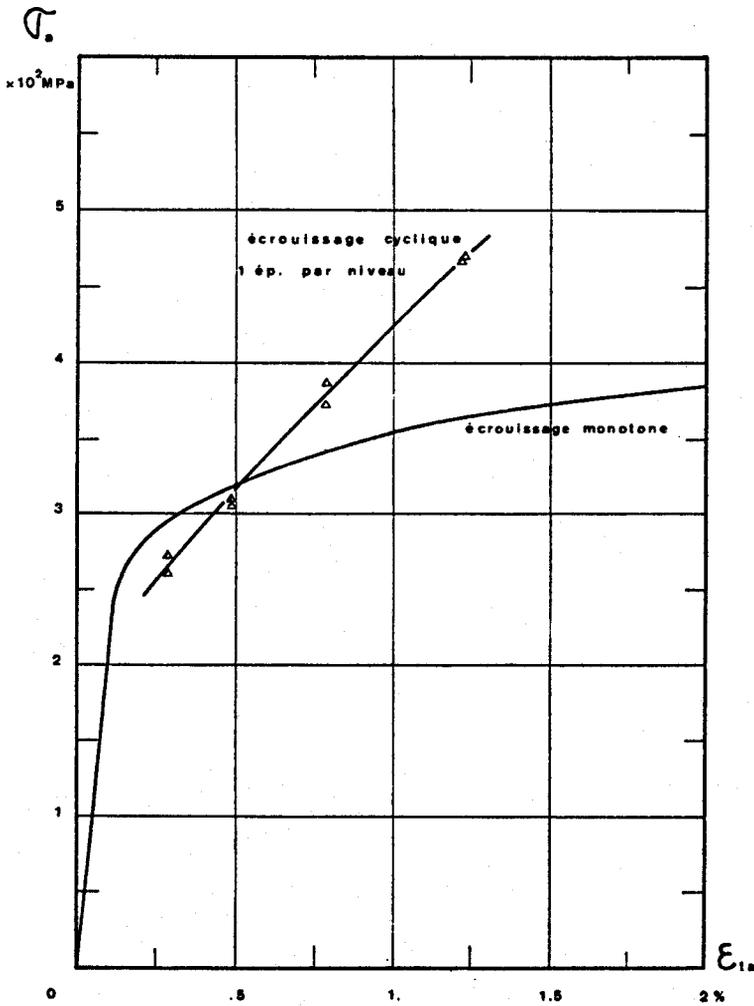
c) courbes de Manson-Coffin



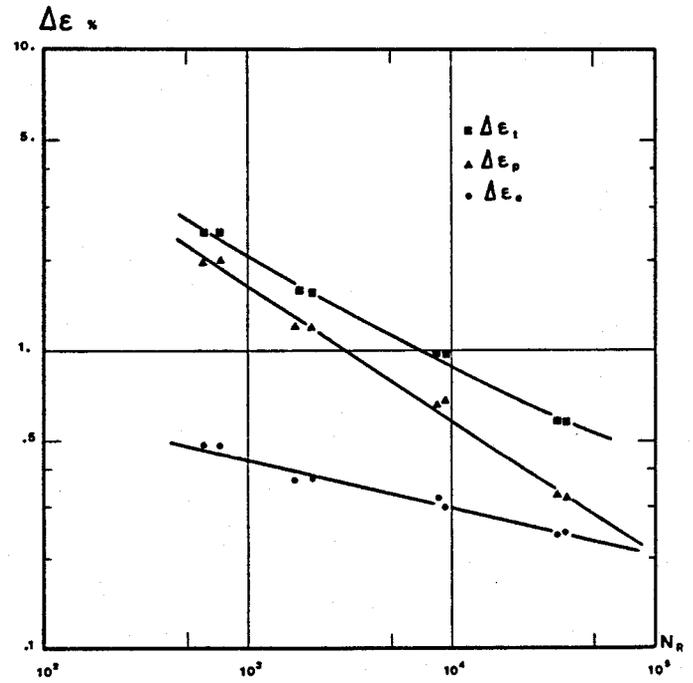
Figure II.4.4. E-V à 20°C



a) évolution des contraintes



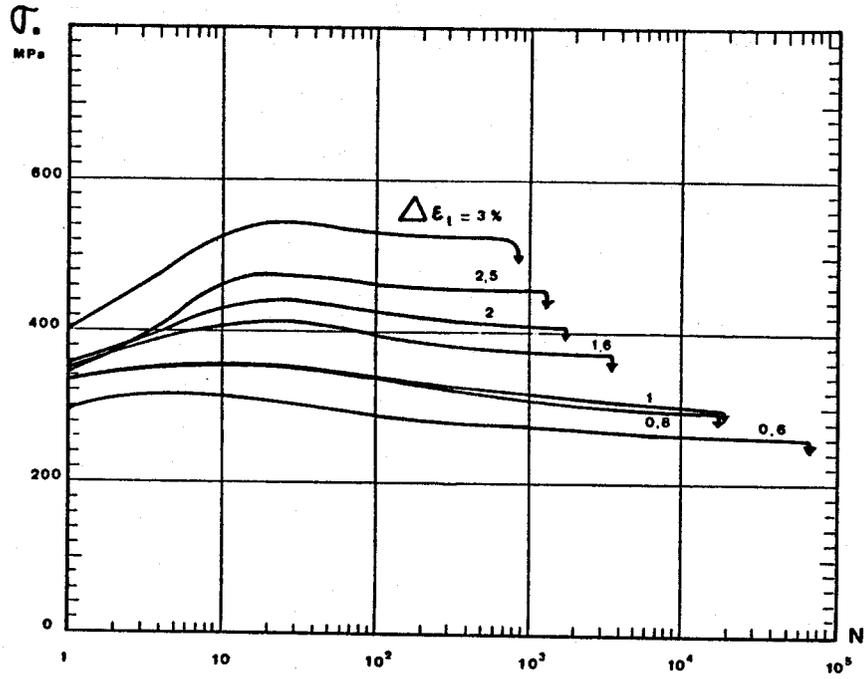
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



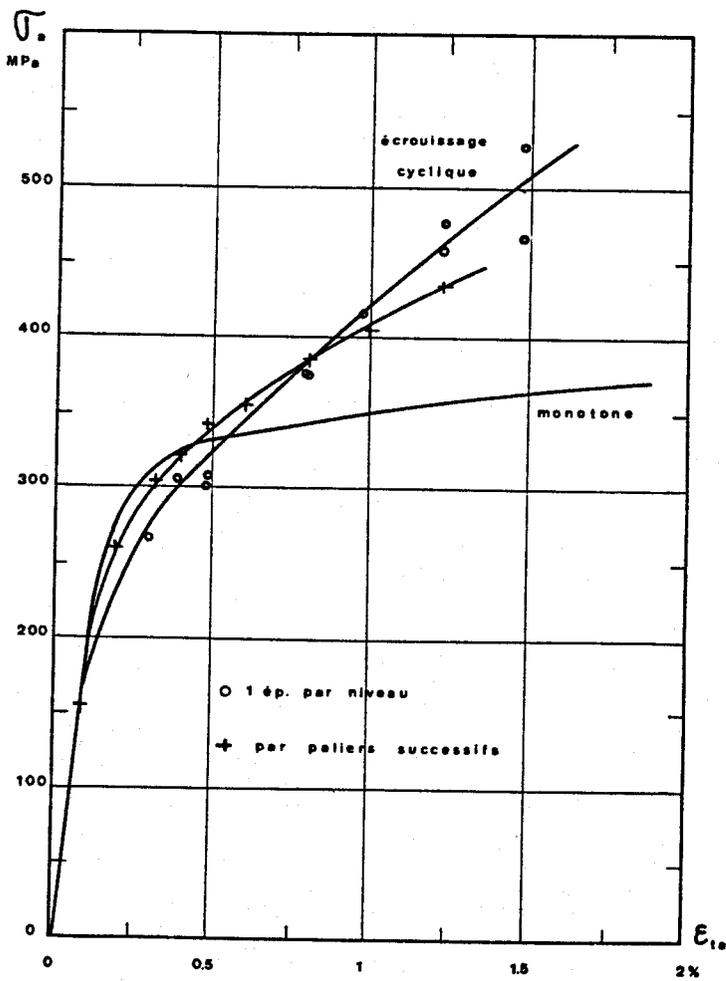
c) courbes de Manson-Coffin



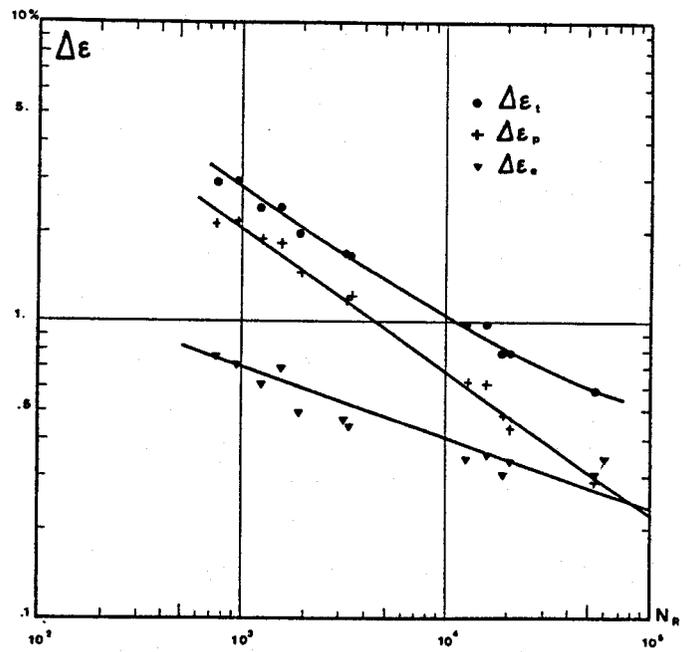
Figure II.4.4. E-VV à 20°C



a) évolution des contraintes



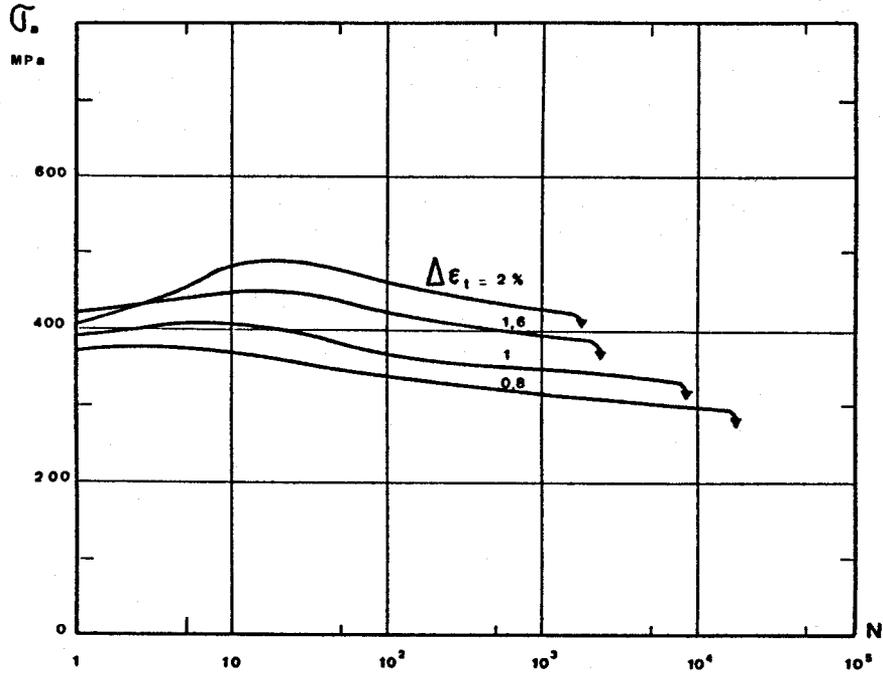
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



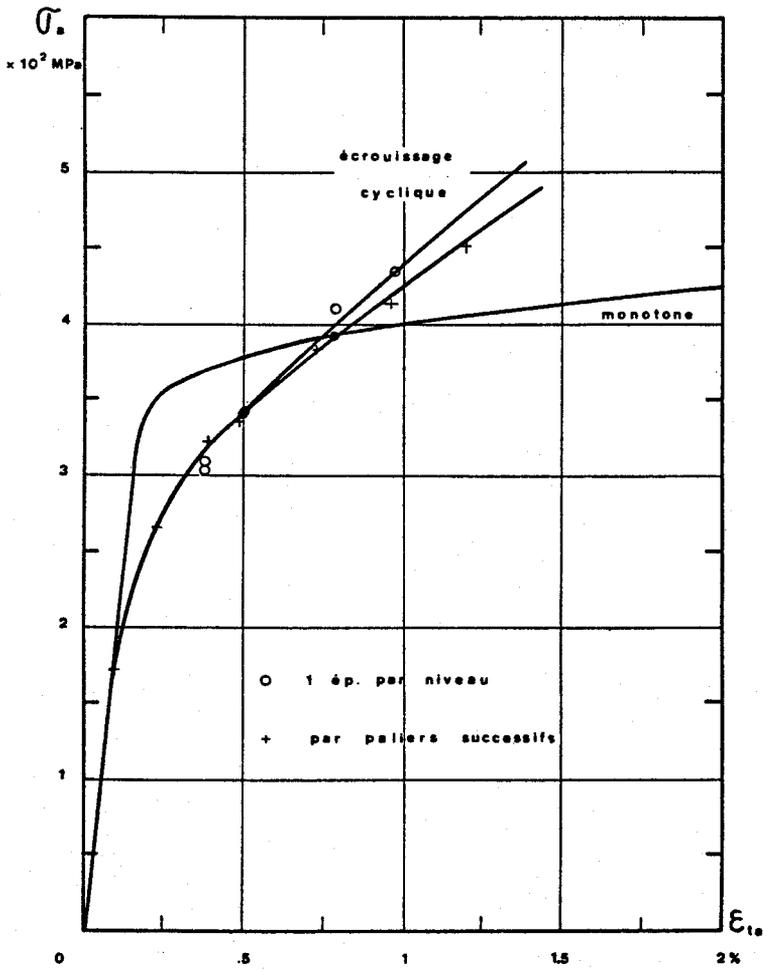
c) courbes de Manson-Coffin



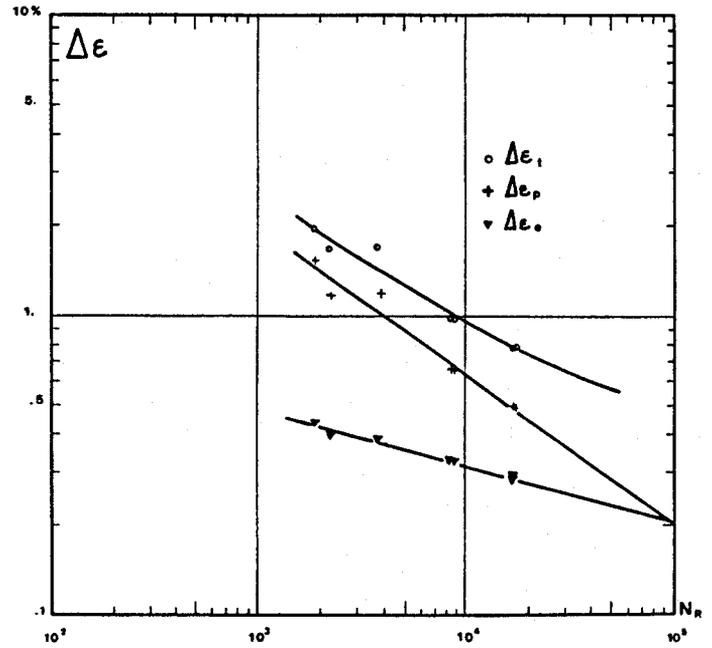
Figure II.4.4. F à 20°C



a) évolution des contraintes



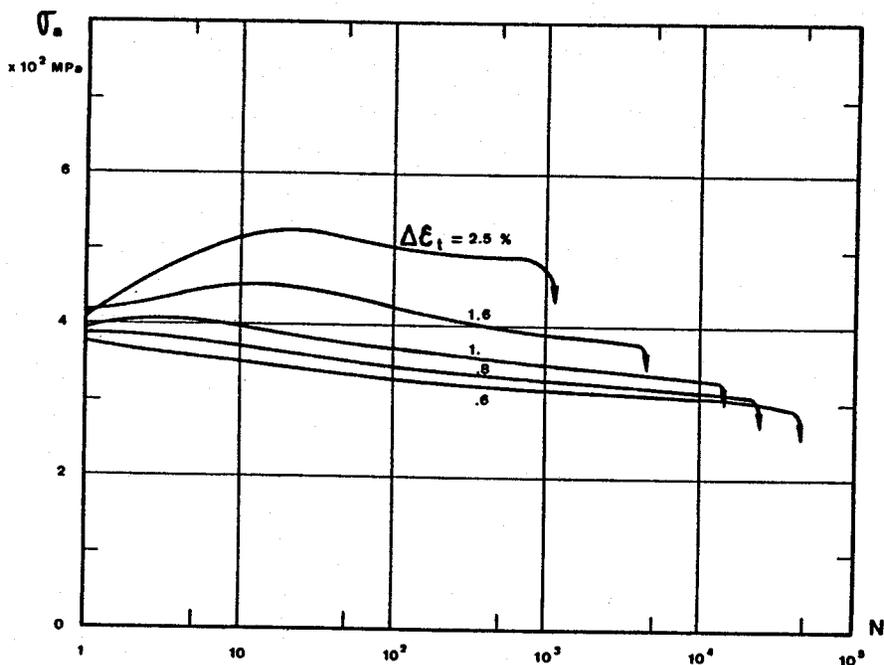
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



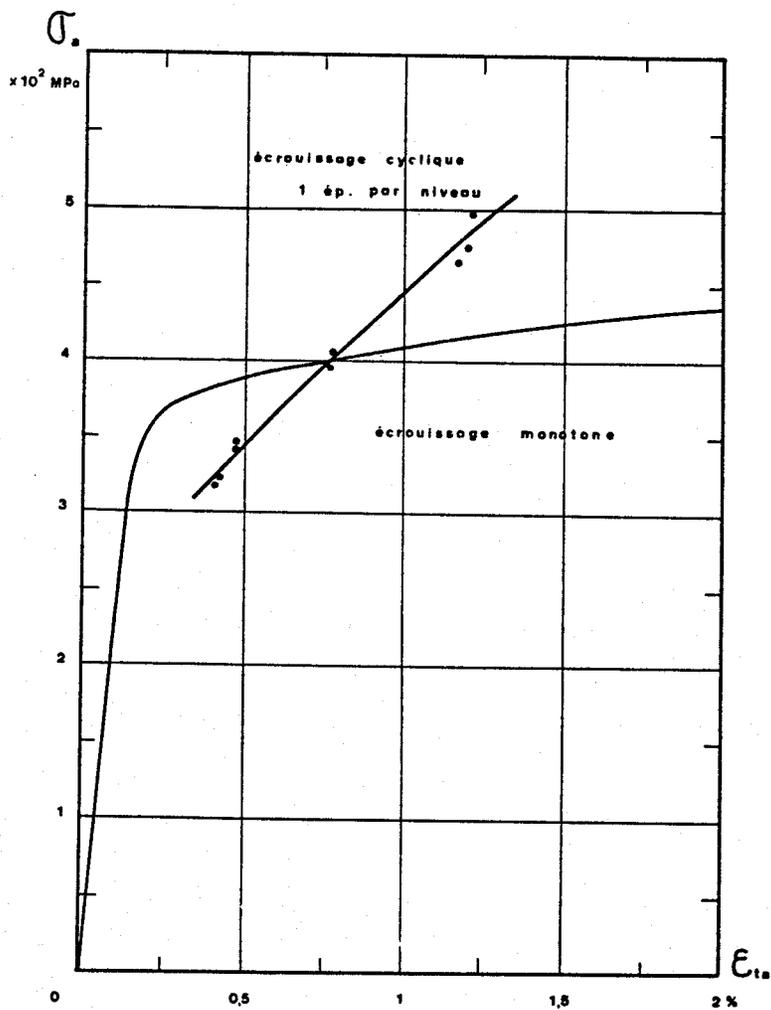
c) courbes de Manson-Coffin



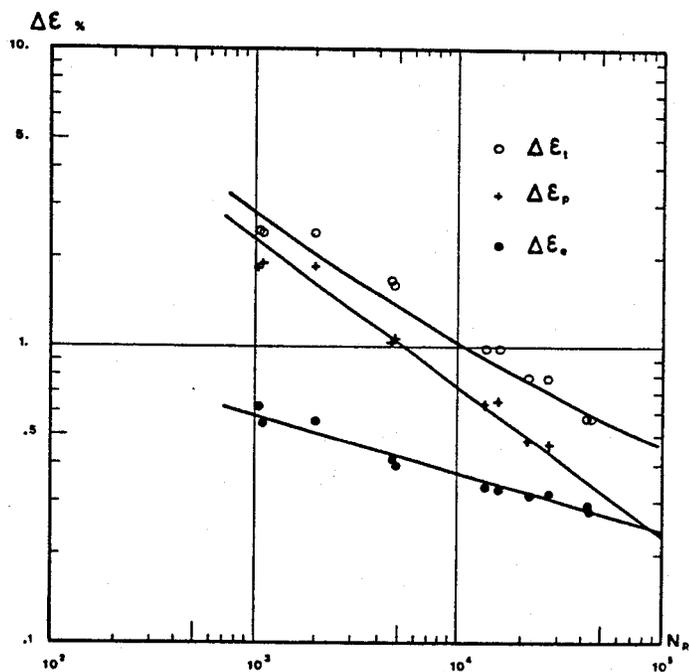
Figure II.4.4. G à 20°C



a) évolution des contraintes



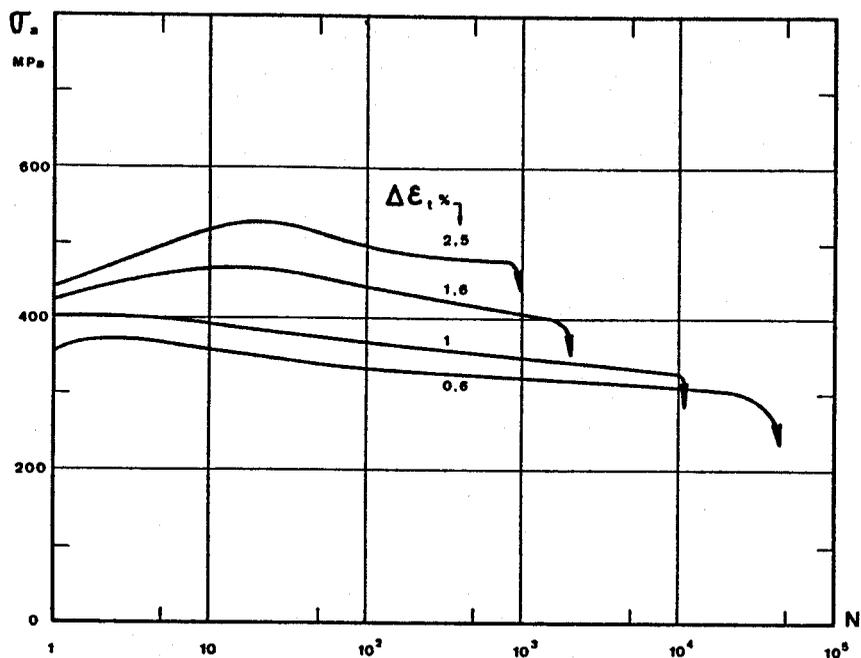
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



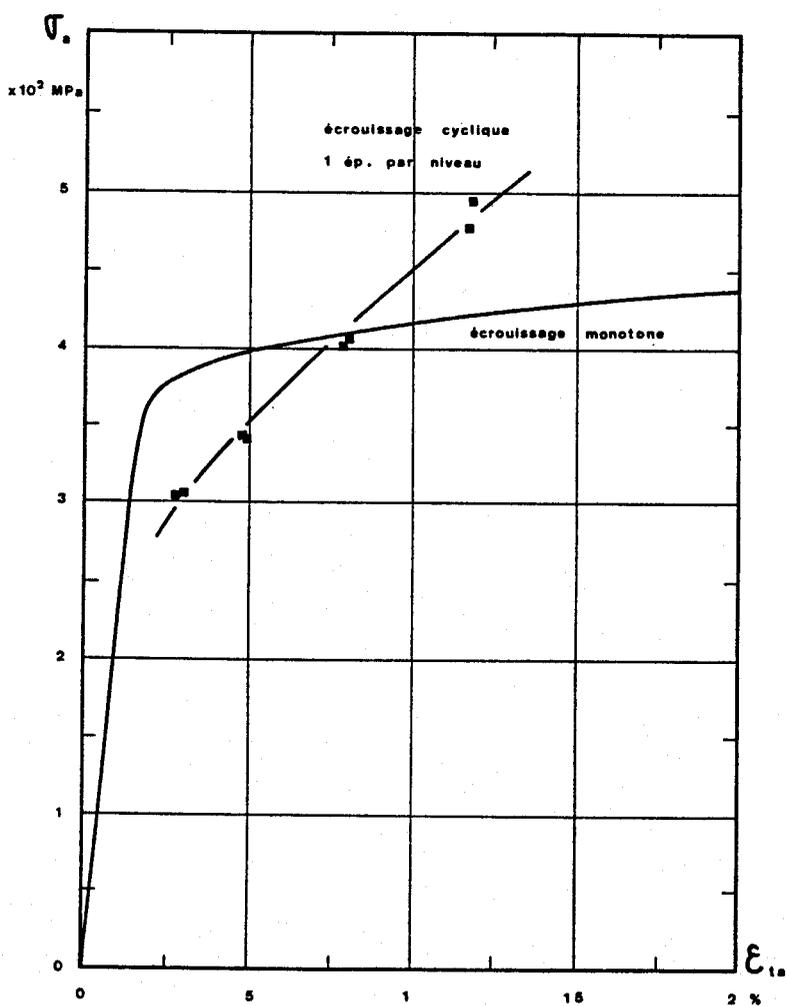
c) courbes de Manson-Coffin



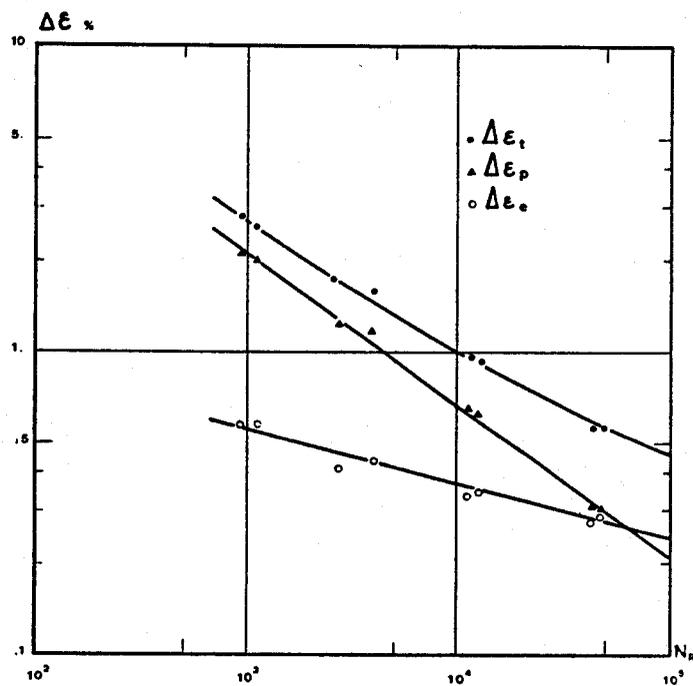
Figure II.4.4. H-HT à 20°C



a) évolution des contraintes



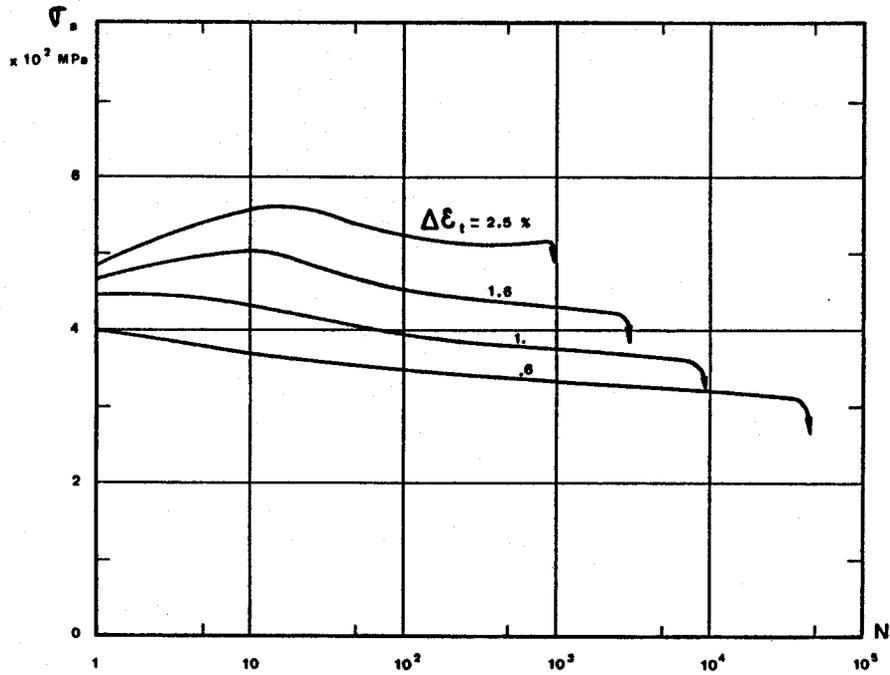
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



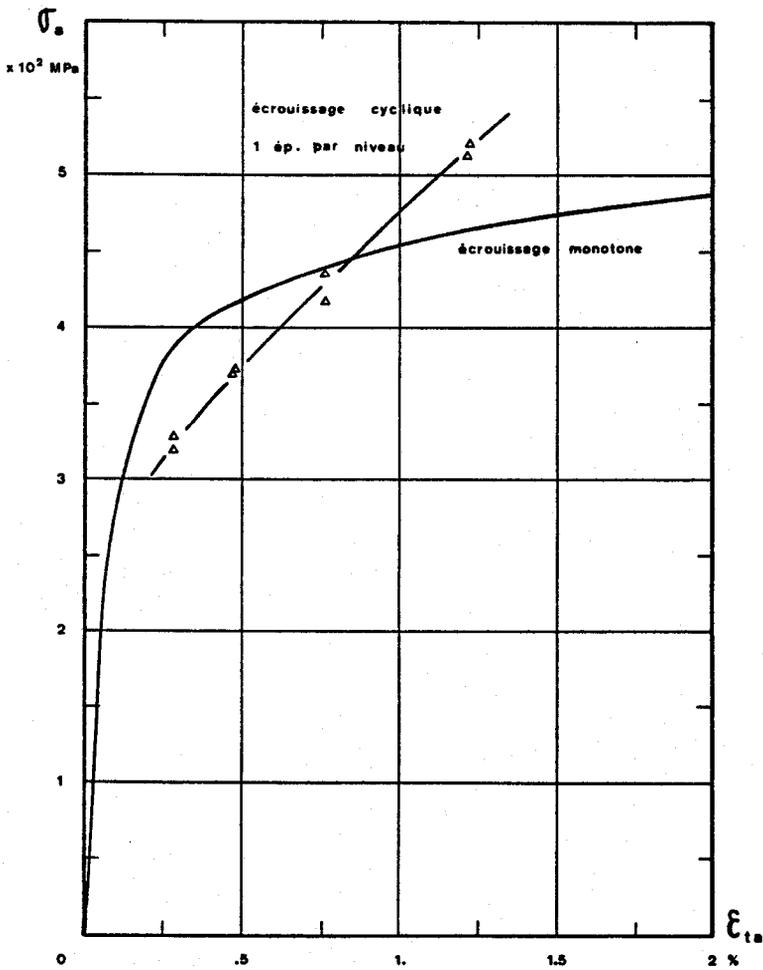
c) courbes de Manson-Coffin



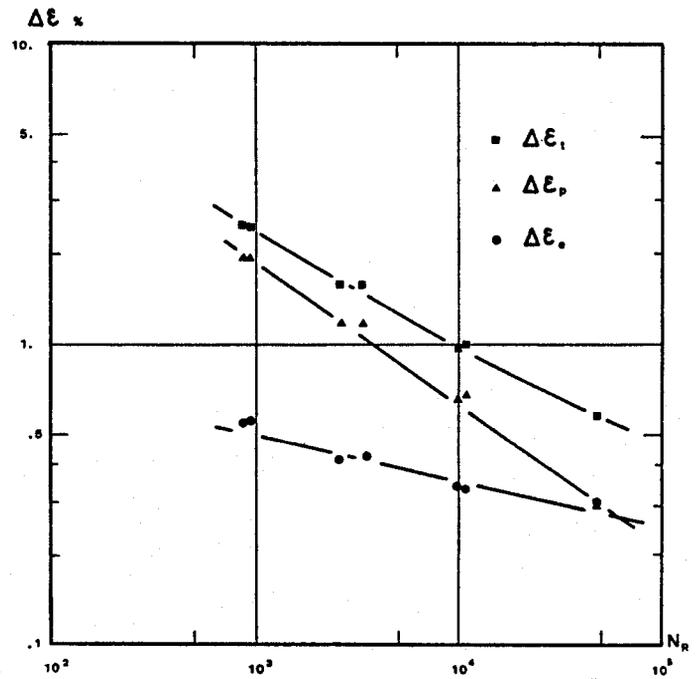
Figure II.4.4. H-V à 20°C



a) évolution des contraintes



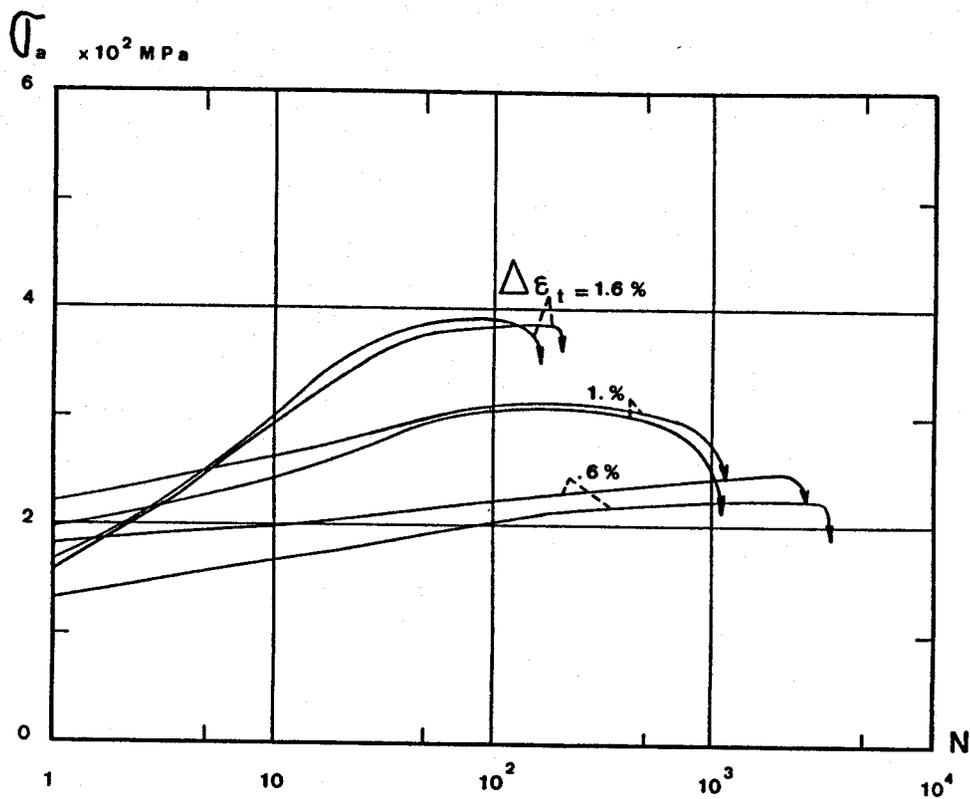
b) courbes d'écrouissage monotone et cyclique



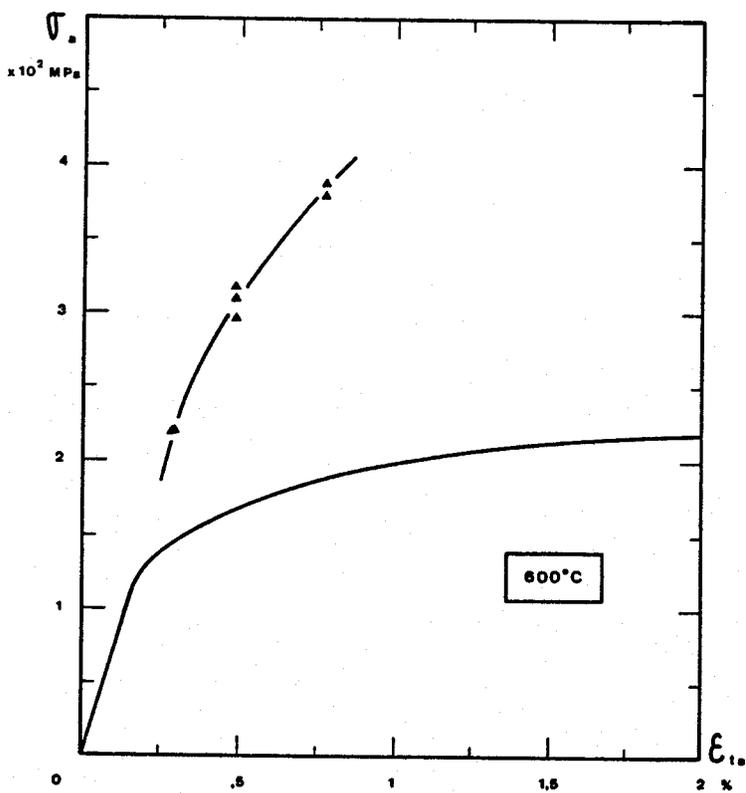
c) courbes de Manson-Coffin



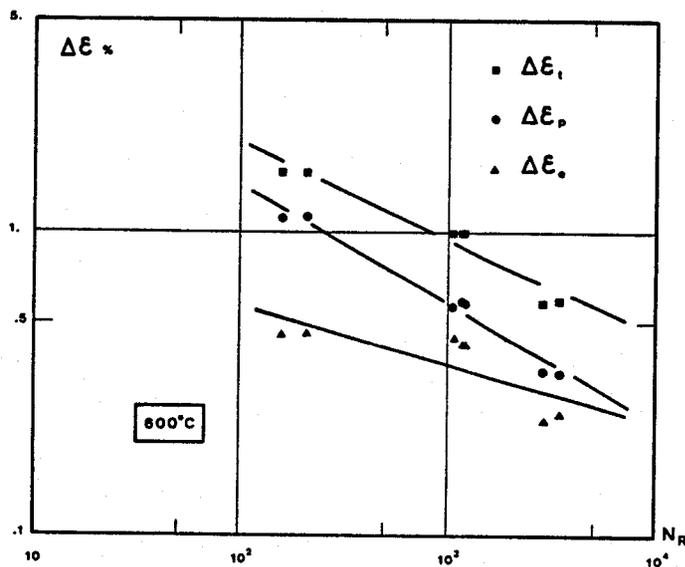
Figure II.4.4. H-VV à 20°C



a) évolution des contraintes



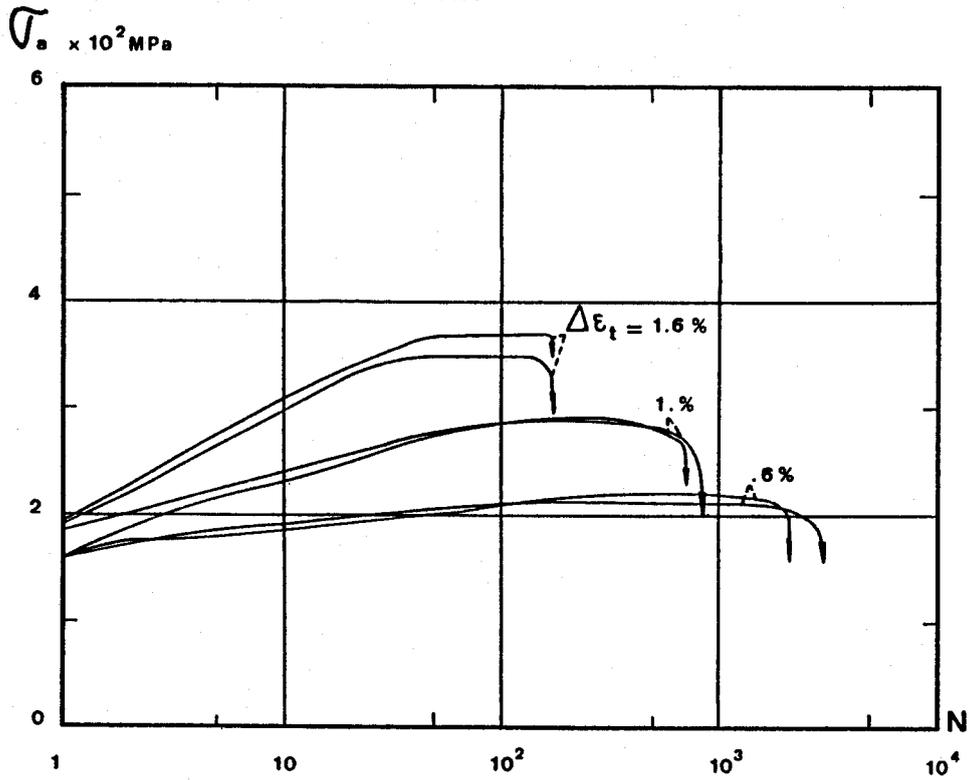
b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



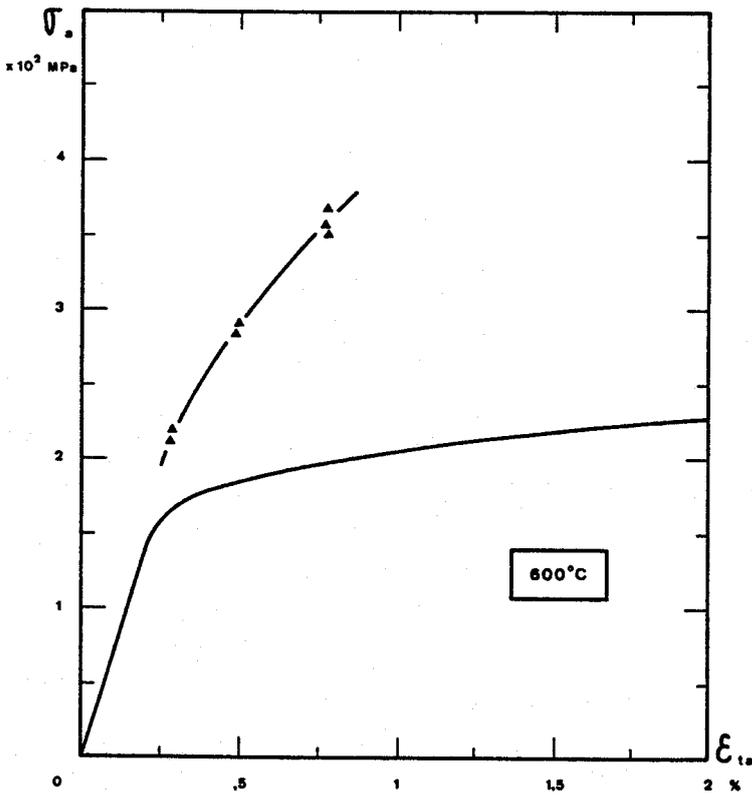
c) courbes de Manson-Coffin



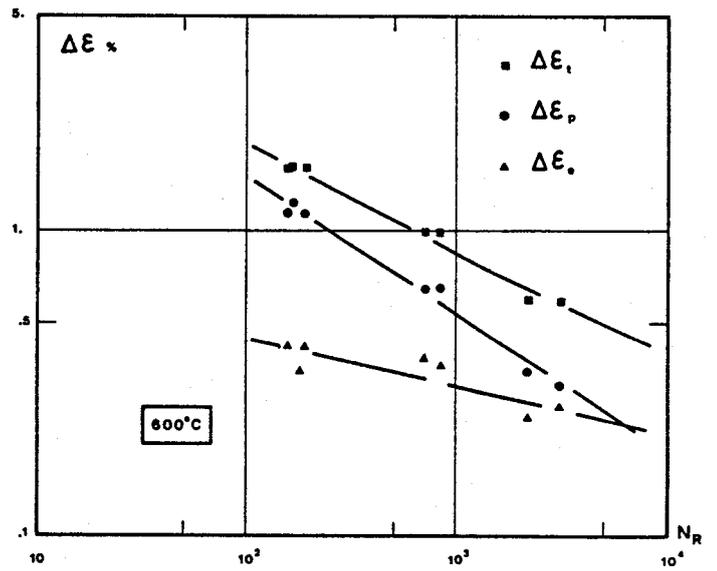
Figure II.4.5. E-V à 600°C



a) évolution des contraintes



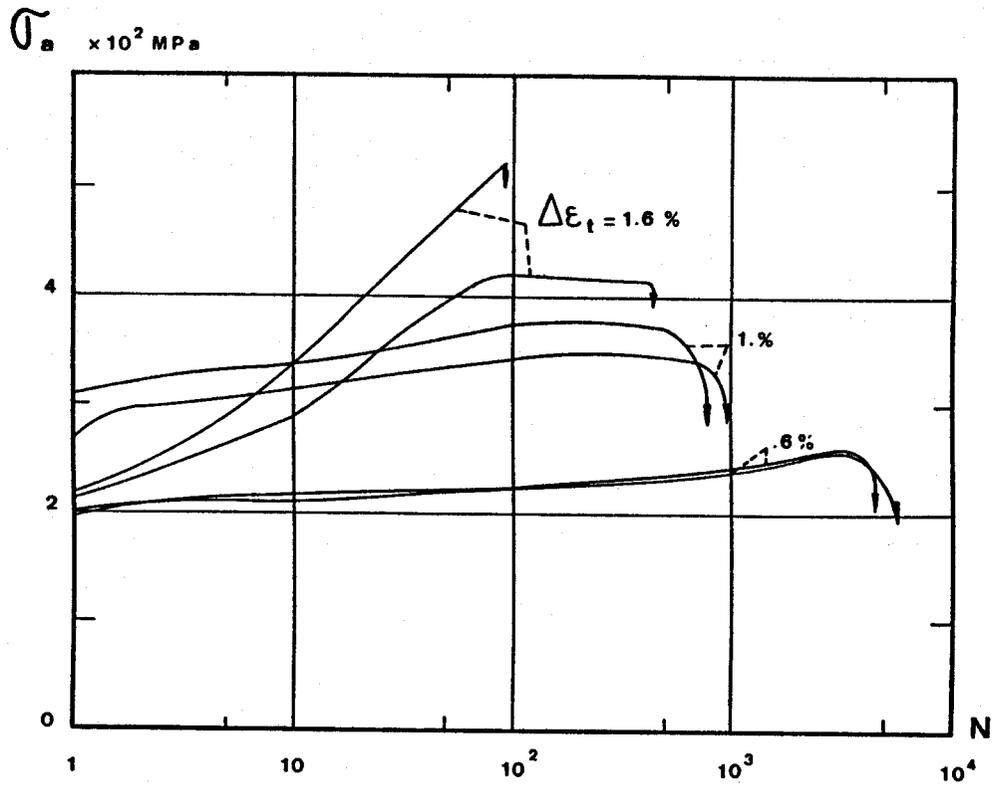
b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



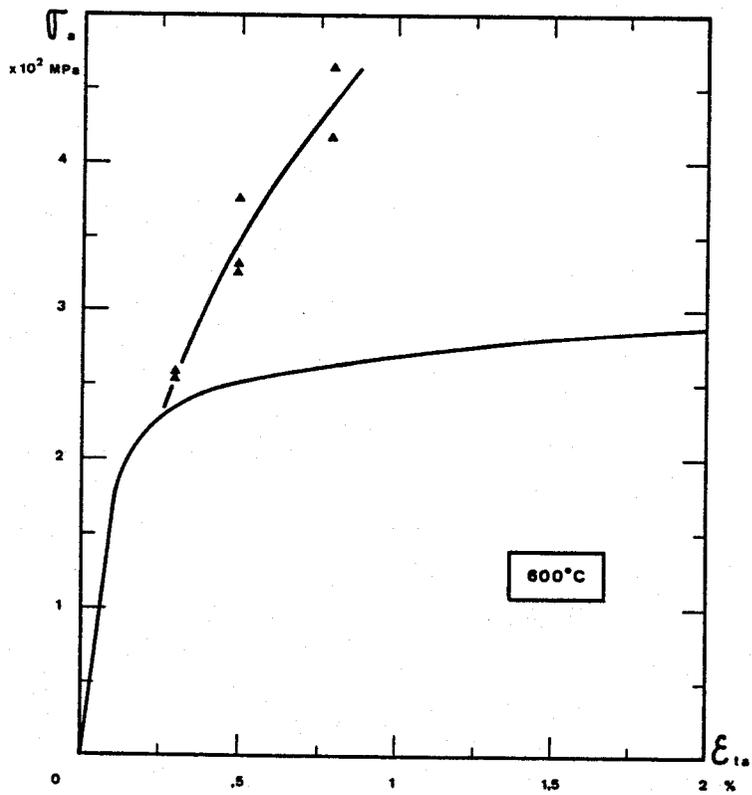
c) courbes de Manson-Coffin



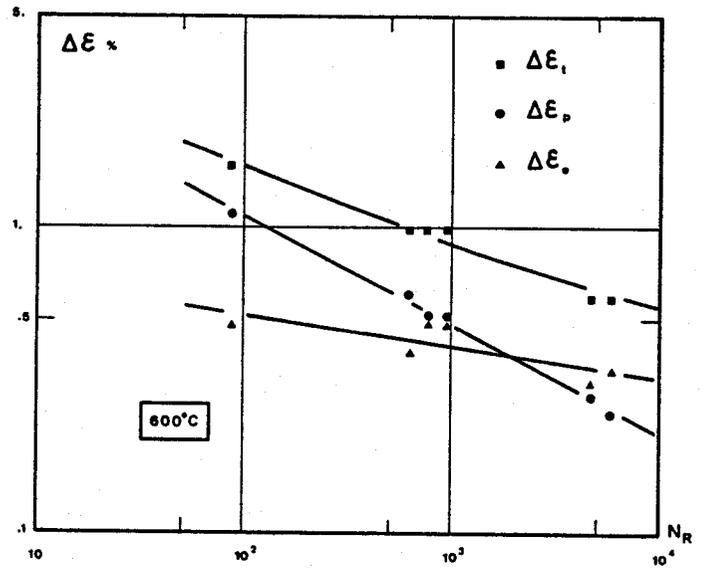
Figure II.4.5. E-VV à 600°C



a) évolution des contraintes



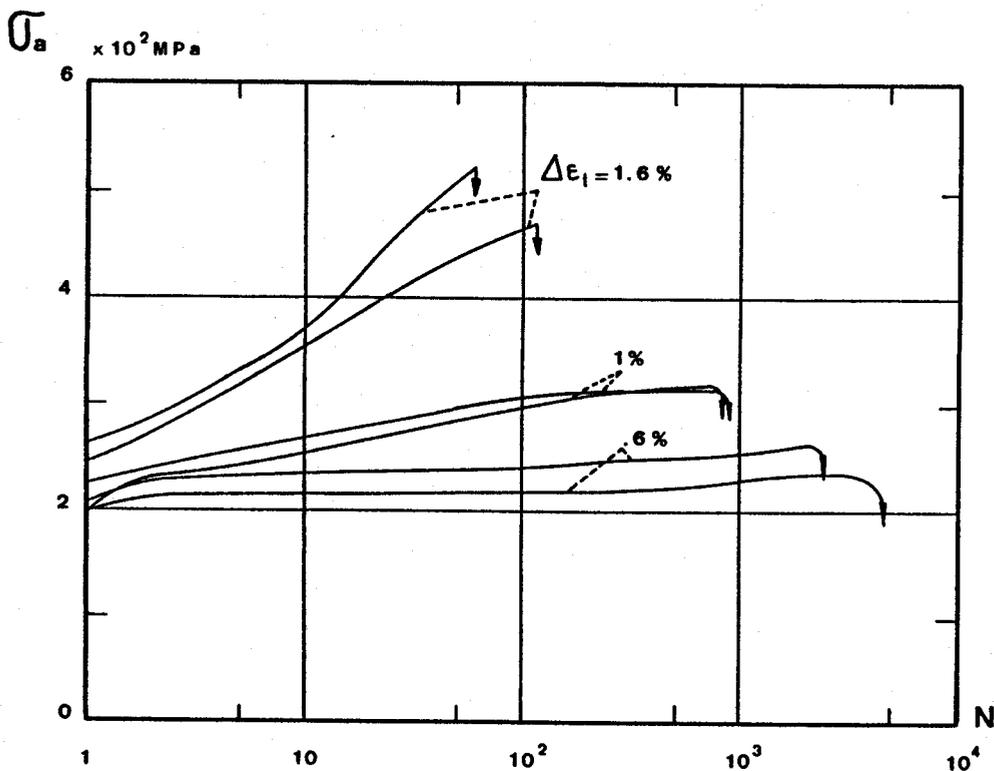
b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



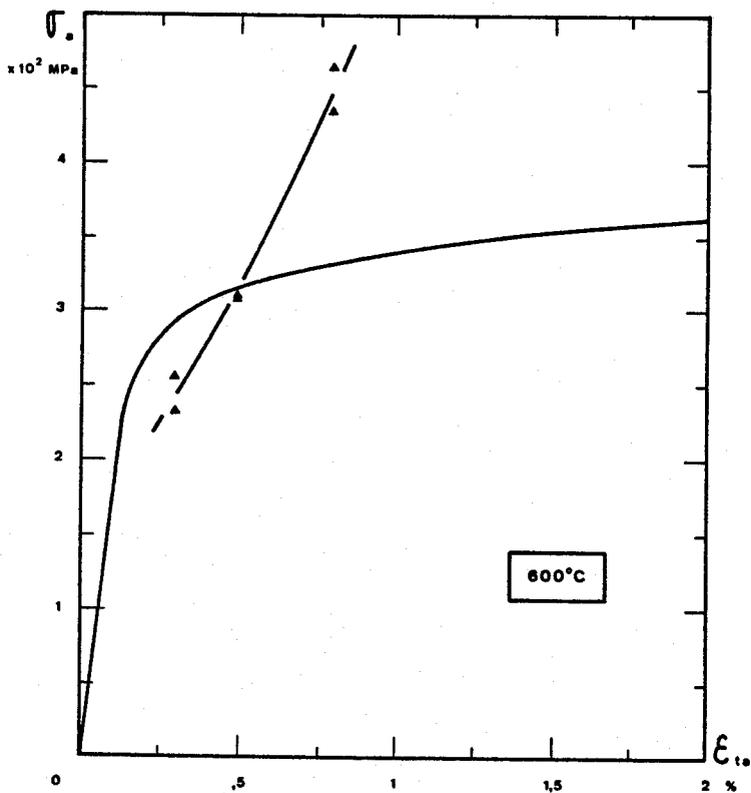
c) courbes de Manson-Coffin



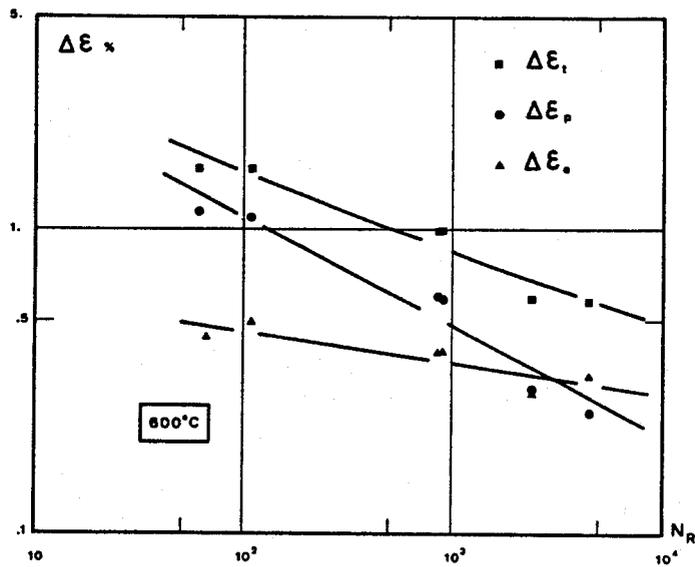
Figure II.4.5. H-V à 600°C



a) évolution des contraintes



b) courbes d'érouissage monotone et cyclique



c) courbes de Manson-Coffin



Figure II.4.5. H-VV à 600°C

BIBLIOGRAPHIE
DU CHAPITRE II

- |1| W.T. DELONG, G.A. OSTROM and E.R. SZUMACHOWSKI : "Measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal". Weld. J., (1956), Vol. 35, pp. 526S-32S.
- |2| M. KIKUCHI, R. TANAKA, K. HAMAGAMI, Y. OGURA, R. TANAKA : "Lattice dilatation of 25 Cr - 28 Ni and 25 Cr - 28 Ni - 2 Mo austenitic steels by dissolved Nitrogen". Met. Trans., Vol. 7A, (Juin 1976), pp. 906-908.
- |3| B. WEISS, R. STICKLER : "Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel". Met. Trans., Vol. 3, (Avril 1972), pp. 851-866.
- |4| J.K.L. LAI : "A study of precipitation in AISI Type 316 stainless steel". Materials Science and Engineering, 58, (1983), pp. 195-209.
- |5| J.K.L. LAI : "A review of precipitation behaviour in AISI type 316 stainless steel". Materials Science and Engineering, 61, (1983), pp. 101-109.
- |6| D.J. DYSON, S.R. KEOWN : "A study of precipitation in a 12 % Cr - Co - Mo steel". Acta Metall., 17, (1969), pp.1095-1107.
- |7| F.A. THOMPSON, D.R.F. WEST : J.I.S.I., 210, (1972), p. 691, (cité par |8|).
- |8| J.M. HAUDIN : "Etude par microscopie et microdiffraction électroniques de la martensite et des phases précipitées (NiAl et phase R) au cours du revenu d'un acier inoxydable austéno-martensitique contenant de la ferrite δ (acier à 15 % Cr, 7 % Ni, 2 % Mo, 1 % Al, de type Z8CND15). Conséquences sur les propriétés mécaniques." Thèse d'Etat (oct. 1975), Université Paris Sud - Centre d'Orsay.
- |9| J.K. LAI, J. HAIGH : CEGB Note RD/L/N159/77, (1977) (cité par |14|).

- [10] M.J. DELEURY, D. GUTTMANN, A. KAMIRI, D. LEURENT :
"Répartition du Molybdène dans les aciers CND17-13
et évolution au cours de maintiens de longue durée
entre 550 et 650°C." Mém. et Et. Scient. de la Rev.
de Métall., (octobre 1981), pp. 551-564.
- [11] H. TUMA, V. LANDA, K. LOBL : "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 %".
Mém. et Et. Scient. de la Rev. de Metall. (mai 1981),
pp. 255-259.
- [12] E.L. HALL, C.L. BRIANT : "Chromium depletion in
the vicinity of carbides in sensitized austenitic
stainless steels". Metall. Trans., Vol. 15A, (mai
1984), pp.793-811.
- [13] J.K. LAI, D.J. CHASTELL, P.E.J. FLEWITT : "Precipitate
Phases in type 316 Austenitic Stainless Steel Result-
ing from long-term high Temperature Service".
Materials Science and Engineering, 49 (1981),
pp.19-29.
- [14] J.K. LAI, M. MESHKAT : "Kinetics of precipitation
of χ - phase and $M_{23}C_6$ carbide in a cast of type
316 stainless steel". Metal Science, (Sept. 1978),
pp.415-420.
- [15] T.P.S. GILL and J.B. GNANAMOORTHY : "Kinetics of
precipitation of $M_{23}C_6$ carbide and χ -phase in
type 316 stainless steel". Transactions of the Indian
Institute of Metals, Vol. 36, n°4 et 5, (août-sept.
1983), pp.269-273.
- [16] R. TAILLARD, A. PINEAU : Travaux non publiés.
- [17] J.B. VOGT : "Influence de la teneur en Azote sur
le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers
inoxydables austénitiques type 18-12 hypereux".
Thèse de 3e cycle - Spécialité Science des Matériaux,
Université des Sciences et Techniques de Lille
(Juillet 1983).

- |18| G. DEGALLAIX, S. DEGALLAIX, J.B. VOGT : "Note Technique : Dispositifs d'essais en traction et en fatigue oligocyclique à l'ambiante et à chaud" (Mai 1984).
- |19| S.S. MANSON : "Behavior of materials under conditions of thermal stresses". Nat. Ac. Com. Aer., (1954), Tech. Note 2933.
- |20| L.F. COFFIN : "The problem of thermal stress fatigue in austenitic steels at elevated temperatures". ASTM STP 165, (1954), pp. 31-52.
- |21| C.H. BASQUIN : "The exponential law of endurance tests". PV ac., ASTM, (1910), 10, pp. 625-630.

A P P E N D I C E

DISPOSITIFS D'ESSAIS

EN TRACTION ET EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

A L'AMBIANTE ET A CHAUD

NOTE TECHNIQUE

MAI 1984

DISPOSITIFS D'ESSAIS
EN TRACTION ET EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE
A L'AMBIANTE ET A CHAUD

PAR

GÉRARD DEGALLAIX* **, SUZANNE DEGALLAIX* ET JEAN-BERNARD VOGT*

* UNIVERSITÉ DE LILLE I
LABO DE MÉTALLURGIE PHYSIQUE
DIRECTEUR : J. FOCT

** INSTITUT INDUSTRIEL DU NORD

S O M M A I R E

I	- EQUIPEMENT DE BASE	1	
II	- EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE POUR ESSAIS A L'AMBIANTE		
	II.1	Types d'éprouvettes	4
	II.2	Mors d'amarrage	5
	II.3	Extensométrie	8
III	- EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE POUR ESSAIS A CHAUD		
	III.1	Types d'éprouvettes	10
	III.2	Mors d'amarrage	11
	III.3	Extensométrie	18
	III.4	Four	20
IV	- CONCLUSION	23	
ANNEXE 1	- Estimation des facteurs de concentration de contraintes K_t	24	
ANNEXE 2	: Résultats d'essais croisés entre 9 Laboratoires	26	

I - EQUIPEMENT DE BASE

Pour réaliser des essais de traction et de fatigue oligocyclique à température ambiante et à chaud, nous disposons d'une machine hydraulique servocontrôlée MTS de capacité 100 KN.

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

La boucle d'asservissement du vérin est définie figure 1.

La charge est mesurée par une cellule de charge à jauges, de 100 KN montée en série avec l'éprouvette.

Le déplacement du vérin (156 mm) est mesuré par un capteur LVDT de course 200 mm placé à son extrémité inférieure.

Enfin la déformation de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre adapté au type d'essai.

La photo 1 montre le bâti de charge et l'armoire électronique de commande.

La photo 2 présente les enregistreurs utilisés :

- une table XY SEFRAM permettant à partir des signaux de la cellule et de l'extensomètre l'enregistrement des courbes de traction monotone et des boucles d'hystérésis Force - Déformation longitudinale
- un enregistreur X(t) à 2 voies PHILIPS relevant en continu le signal de la cellule de charge et
- par exemple - la température.

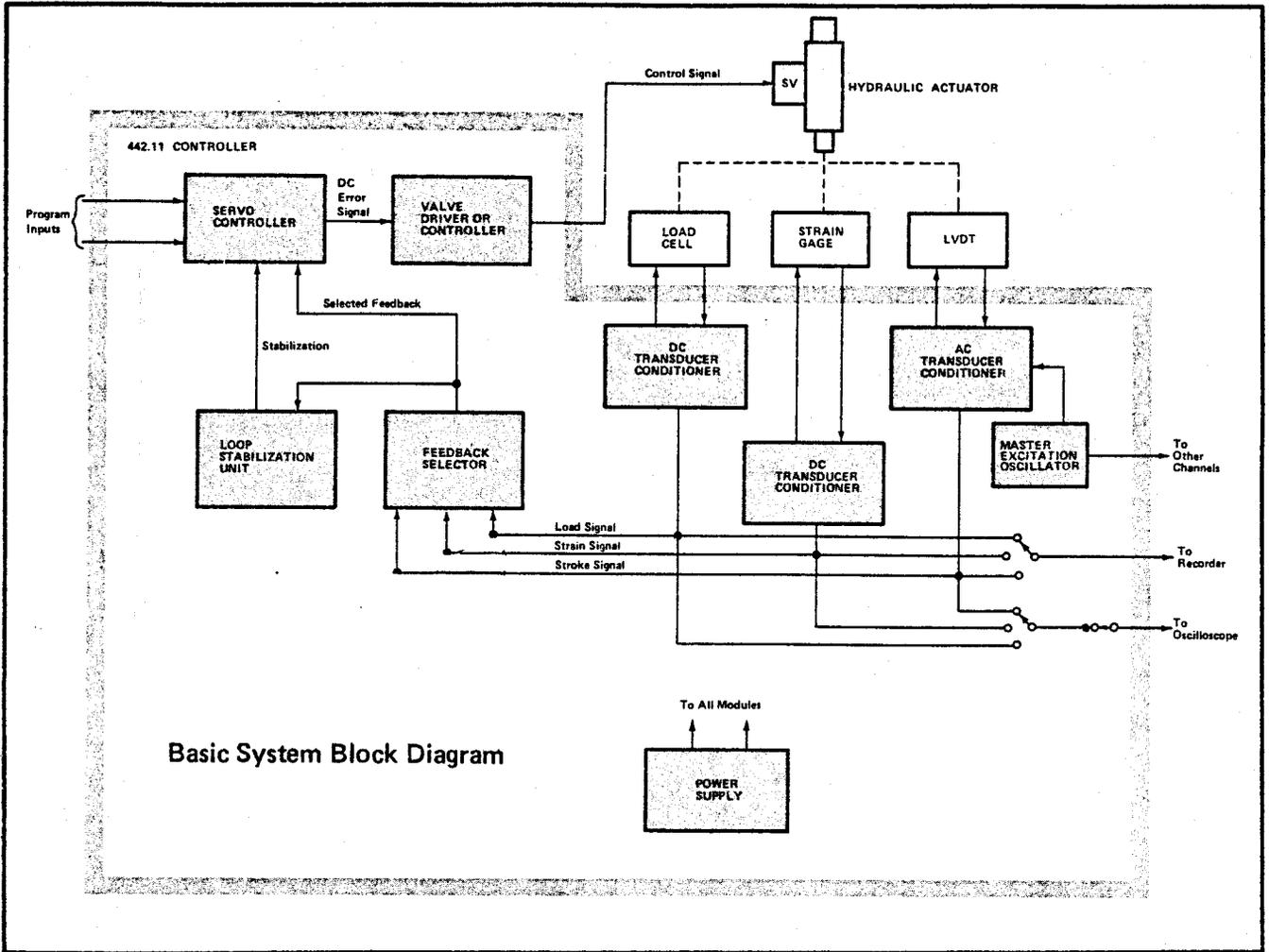


FIGURE 1

PRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE LA BOUCLE D'ASSERVISSEMENT (DOC. MTS)



PHOTO 1
BATI DE CHARGE ET
ARMOIRE DE COMMANDE

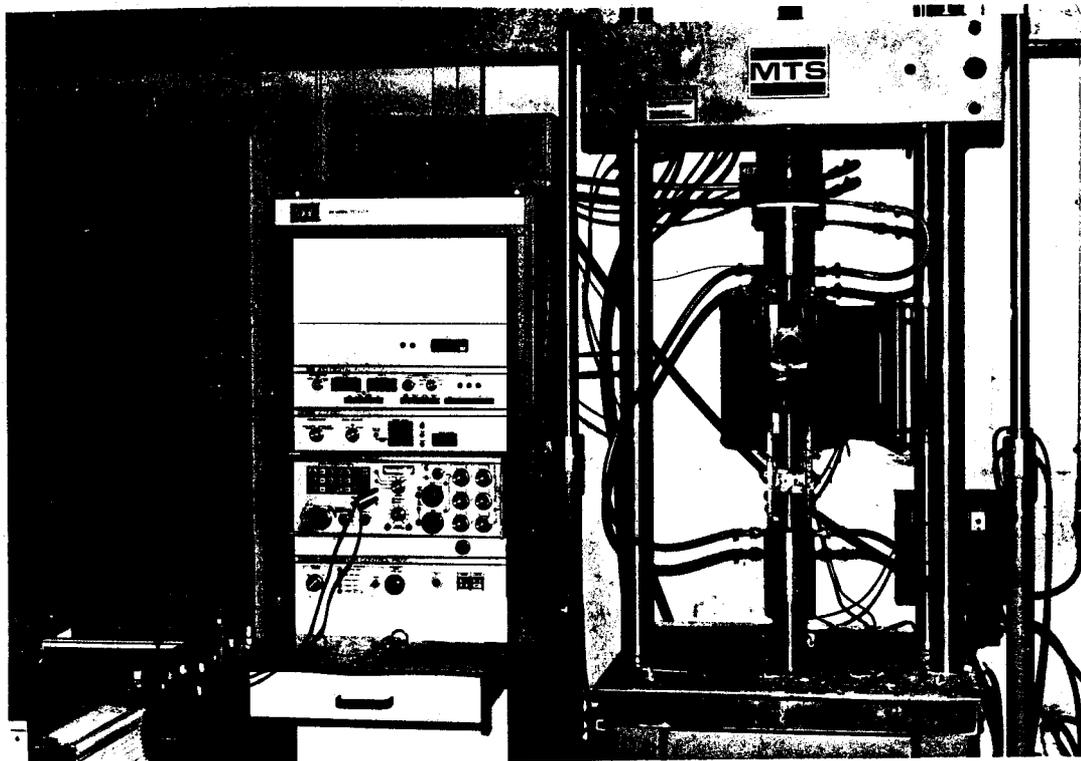
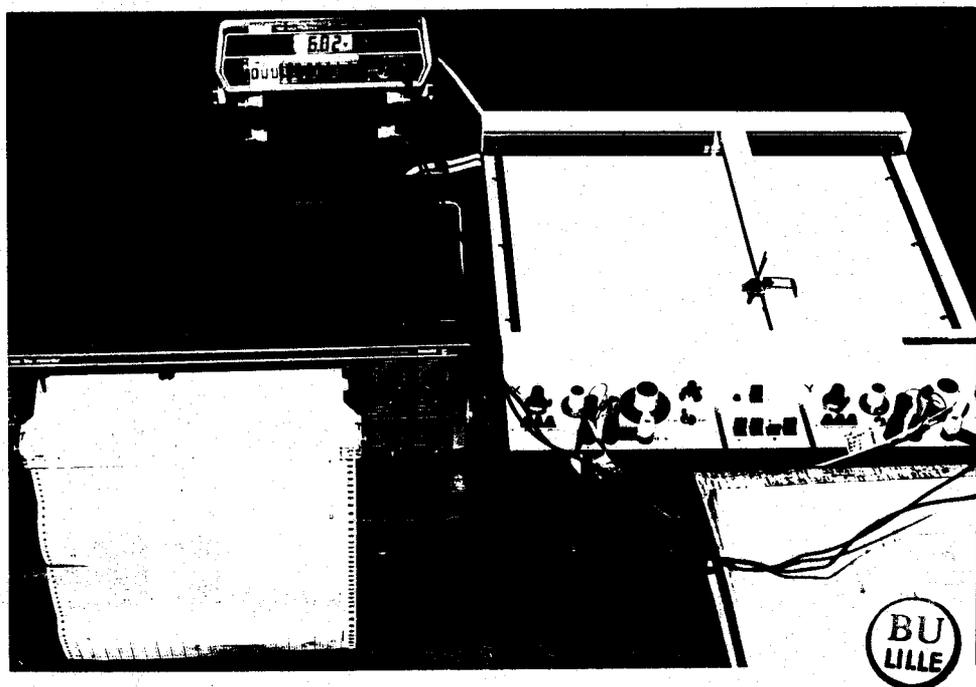


PHOTO 2
ENREGISTREURS UTILISÉS



II - EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE POUR ESSAIS A L'AMBIANTE

II.1. Type d'éprouvettes

Elles sont du type cylindrique à têtes lisses

- de diamètre utile 10 mm

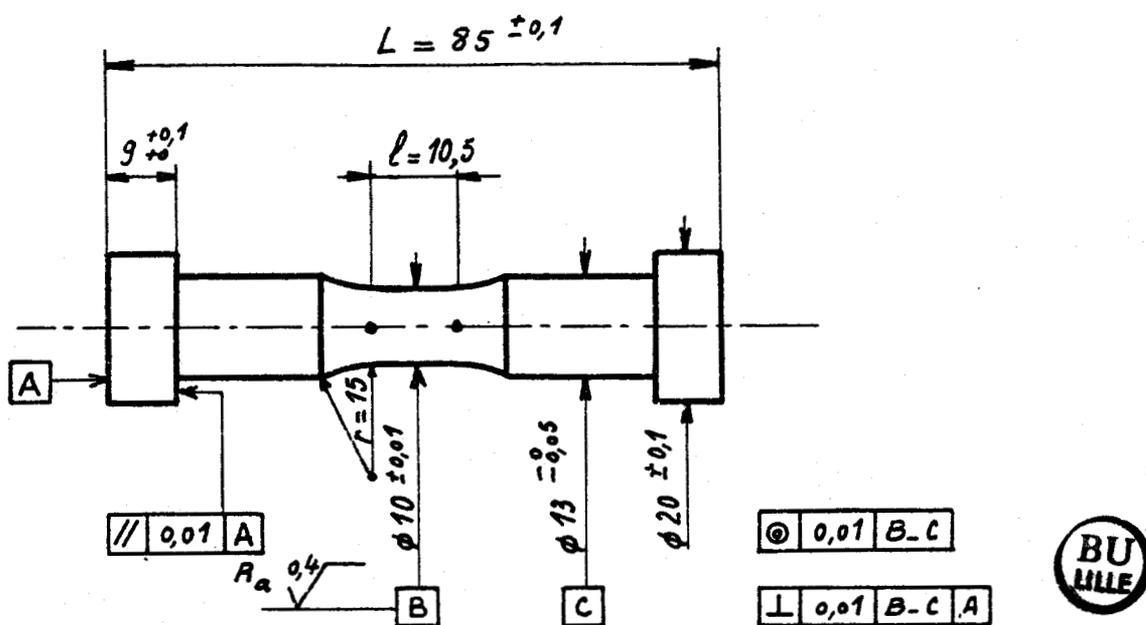
- de base de mesure longitudinale :

25 mm pour les essais de traction

10 mm pour les essais de fatigue

(figure 2)

Elles sont rectifiées sur la longueur utile dans le sens longitudinal afin d'éviter une initiation précoce des fissures.



Nota : Avant rectification, finition de B à $\phi 10,1$

EPROUVETTE DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE (l_0 : 10 mm)		
1.10.81	GS.DEGALLAIX	U.S.T.LILLE

FIGURE 2

EPROUVETTE DE FATIGUE ($L = 85$, $l = 10,5$)

POUR LA TRACTION : $L = 90$; $l = 25,5$

II.2. Mors d'amarrage

Les deux qualités essentielles que doit présenter un montage destiné à des essais de fatigue en traction - compression alternées sont rigidité et alignement. Le risque de flambage est en effet assez grand pour les essais à fort niveau de déformation. Le montage décrit ci-après résulte de diverses améliorations et nous donne désormais entière satisfaction.

Les mors sont réalisés en plusieurs parties (voir photo 3 et figure 3).

Les bases (1) sont vissées l'une dans la partie supérieure du vérin, l'autre dans la cellule de charge.

Afin d'assurer le blocage et une meilleure rigidité de l'amarrage, des jeux de 2 rampes hélicoïdales (2) sont en appuis plans sur les bases (1) et la cellule ou la tête du vérin. Le blocage des rampes s'effectue sous une charge de 9 tonnes appliquée à une éprouvette rigide réservée à cet usage.

Sur la base (1) est bloquée - suivant une liaison plane - une bride intermédiaire (3). Cette bride permet le réglage de l'alignement des mors inférieur et supérieur. Le défaut d'alignement maximum toléré est de 3/100e de mm. Le réglage se fait périodiquement à l'aide d'un comparateur à cadran (photo 4).

Enfin une bride de serrage (4) est centrée et bloquée sur la bride intermédiaire (3). La bride (4) présente un alésage conique qui reçoit deux demi-coquilles (5) permettant le blocage de l'éprouvette comme le montre la figure 3.

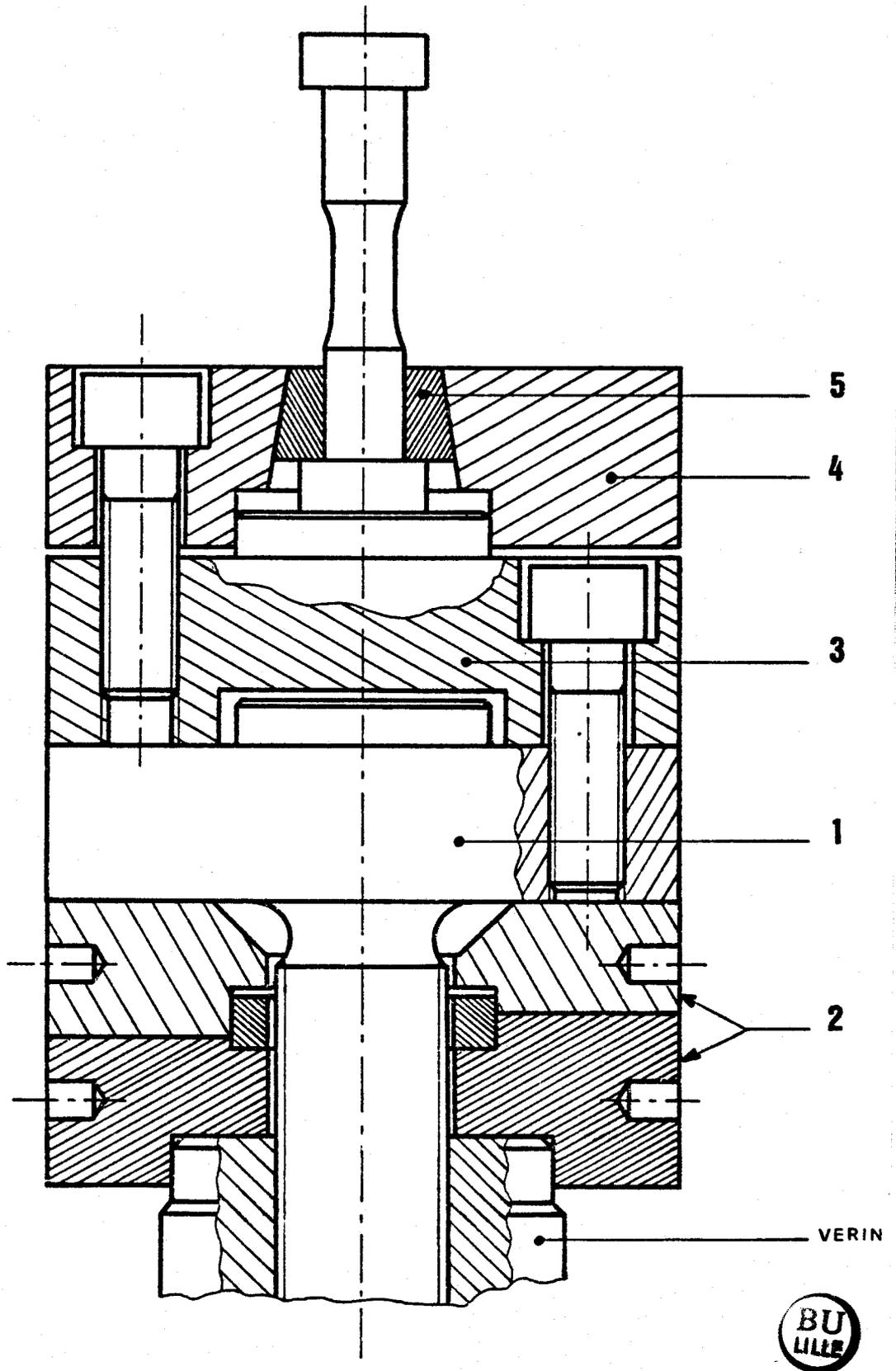


FIGURE 3

MORS D'AMARRAGE POUR ESSAIS À L'AMBIANTE



PHOTO 3
MORS D'AMARRAGE À
L'AMBIANTE EN COURS
D'INSTALLATION

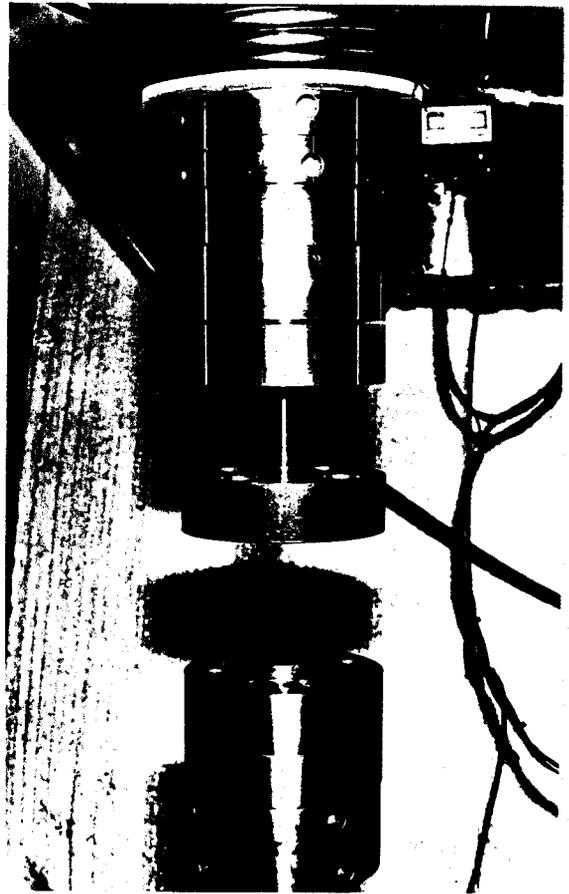
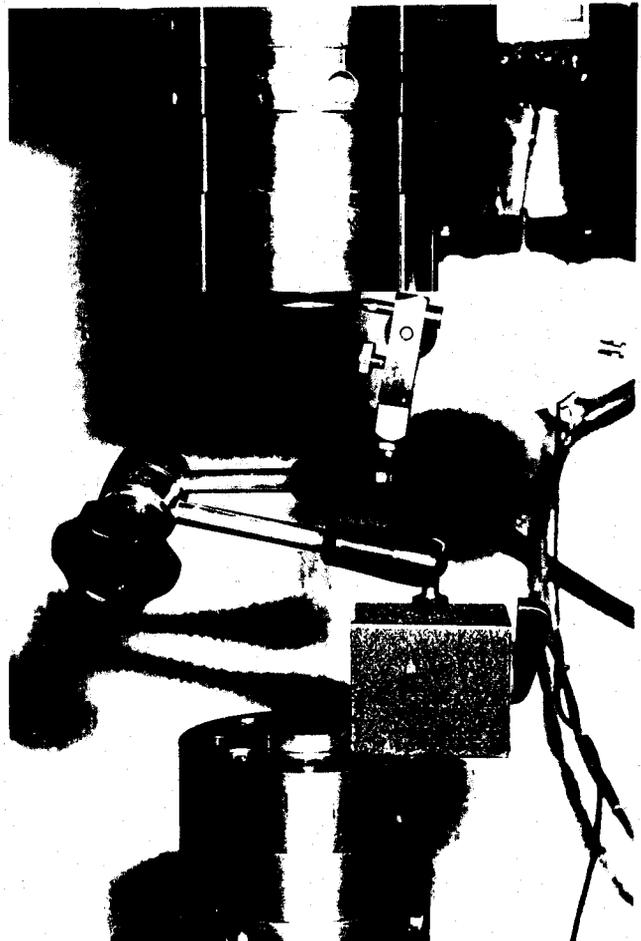


PHOTO 4
RÉGLAGE DE
L'ALIGNEMENT



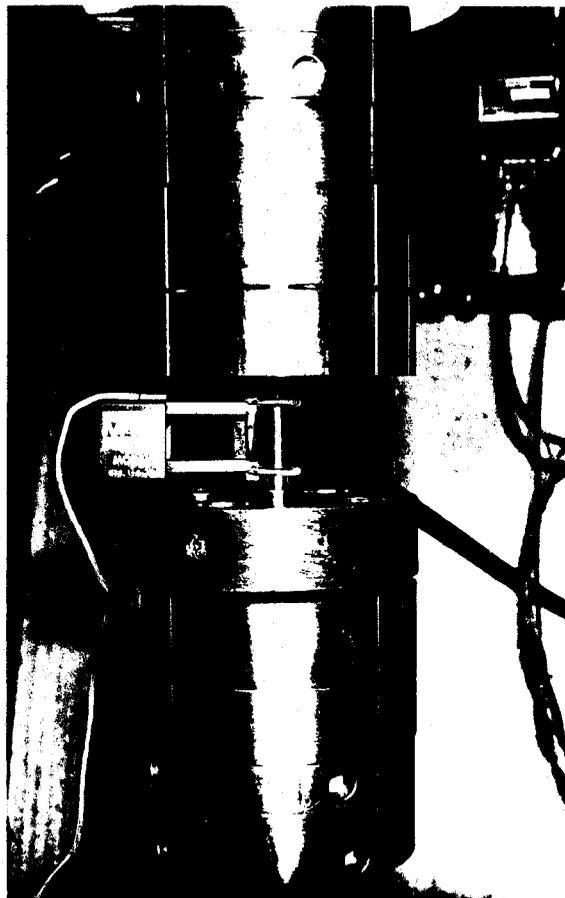
II.3. Extensométrie

La déformation longitudinale de la partie utile de l'éprouvette est mesurée à l'aide de capteurs à lames à jauges de déformation MTS. Leurs bases de mesure sont 25 mm (essai de traction) et 10 mm (essai de fatigue) et leurs incertitudes en linéarité inférieures à 0,25 %.

Signalons que les couteaux sont collés sur l'éprouvette ce qui permet d'éviter un amorçage de fissure aux points de contact.

Le montage est montré photos 5.

5 A : POUR ESSAI DE TRACTION



5 B : POUR ESSAI DE FATIGUE

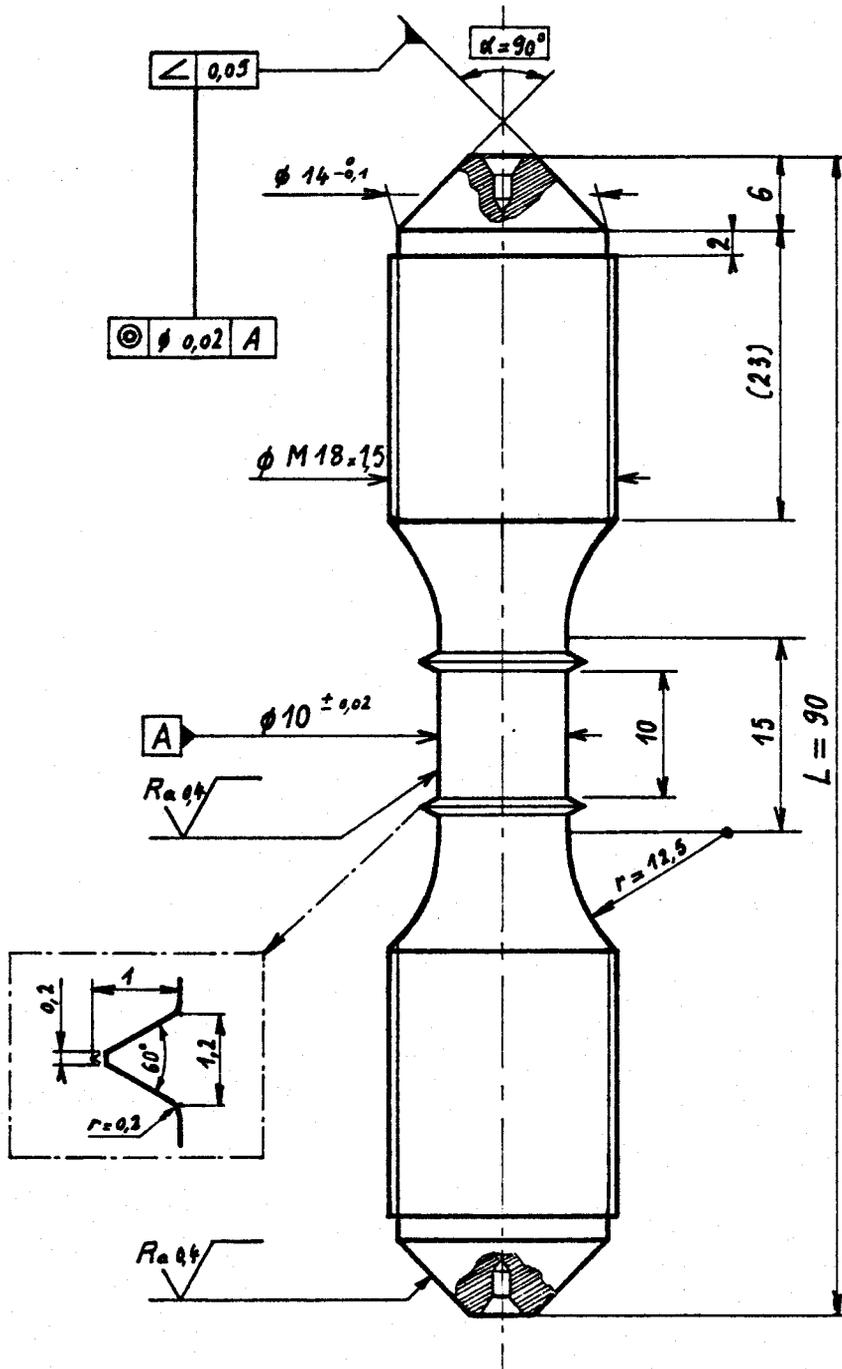


PHOTO 5 : MONTAGE DE L'ÉPROUVETTE
ET DE L'EXTENSOMÈTRE

III - EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE POUR ESSAIS A CHAUD

III.1. Type d'éprouvettes

Les éprouvettes utilisées à chaud sont cylindriques (diamètre 10 mm), à collerettes distantes de 10 mm. Leurs têtes sont filetées et présentent une partie conique pour le centrage (figure 4).



EPROUVETTE DE FATIGUE A CHAUD	
15.4.81	G.S. DEGALLAIX
LAB. METALLURGIE	U.S.T. LILLE



tolérances générales : $\pm 0,1$
 échelle : 1,7

FIGURE 4
 EPROUVETTE POUR ESSAIS A CHAUD

III.2. Mors d'amarrage

Dans un premier temps, seules les pièces (4) du montage à l'ambiante ont été remplacées par un ensemble présenté figures 5 et 6.

Les barres d'amarrage (6) en Z.30 C13 sont montées sur les brides (3). Les têtes de l'éprouvette sont vissées dans des noix (7) en Nimonic 80 et leurs extrémités coniques s'appuient sur les cones de centrage des barres (6). Enfin, le blocage est assuré par des contre-écrous (8) en Nimonic 80 ou en acier RCC. Voir Photo 6.

Les problèmes de grippage à chaud ont été résolus par application de graphite et de nitrure de bore, ou de graisse au bisulfure de molybdène.

Cependant la longueur des barres (6) (rendue nécessaire par la hauteur du four) accentue les moindres défauts de coaxialité et de perpendicularité. De ce fait, avec un centrage effectué comme pour les essais à l'ambiante (inférieur à 3/100e au niveau des pièces de centrage) les premiers essais ont montré une certaine tendance au flambage.

Pour pallier cet inconvénient un système de rigidification du guidage du vérin a été conçu (photo 7). Il s'agit d'un palier supplémentaire constitué de 3 points d'appui à 120° - des roulements à billes - montés avec une légère précharge. Le guidage du vérin, ainsi rendu hyperstatique, a donné des résultats satisfaisants, le risque de flambage étant en effet quasiment éliminé jusqu'aux niveaux de déformation moyens ($\Delta \epsilon_t \approx 1,2 \%$).

Le refroidissement des mors est assuré par une circulation d'eau froide dans les embases des pièces (6). De plus, la cellule est protégée par une rondelle d'abestolox et un serpentín d'eau de refroidissement (voir photos).

Pour les essais à forts niveaux de déformation, nous avons réalisé un système d'ancrage par métal de Wood (photo 8). Cet alliage de Pb - Sn - Bi a une température de fusion de

72°C. Le montage de l'éprouvette à la partie supérieure est effectué alors que le métal de Wood a été fondu par un ruban chauffant entourant le pot (10). L'alignement des têtes de l'éprouvette et des barres d'amarrage est ainsi parfaitement réalisé afin de n'introduire aucune contrainte de flexion dans l'éprouvette.

Après coupure du chauffage, une circulation d'eau froide autour du pot assure la solidification puis le maintien à basse température de l'assemblage (figure 7).

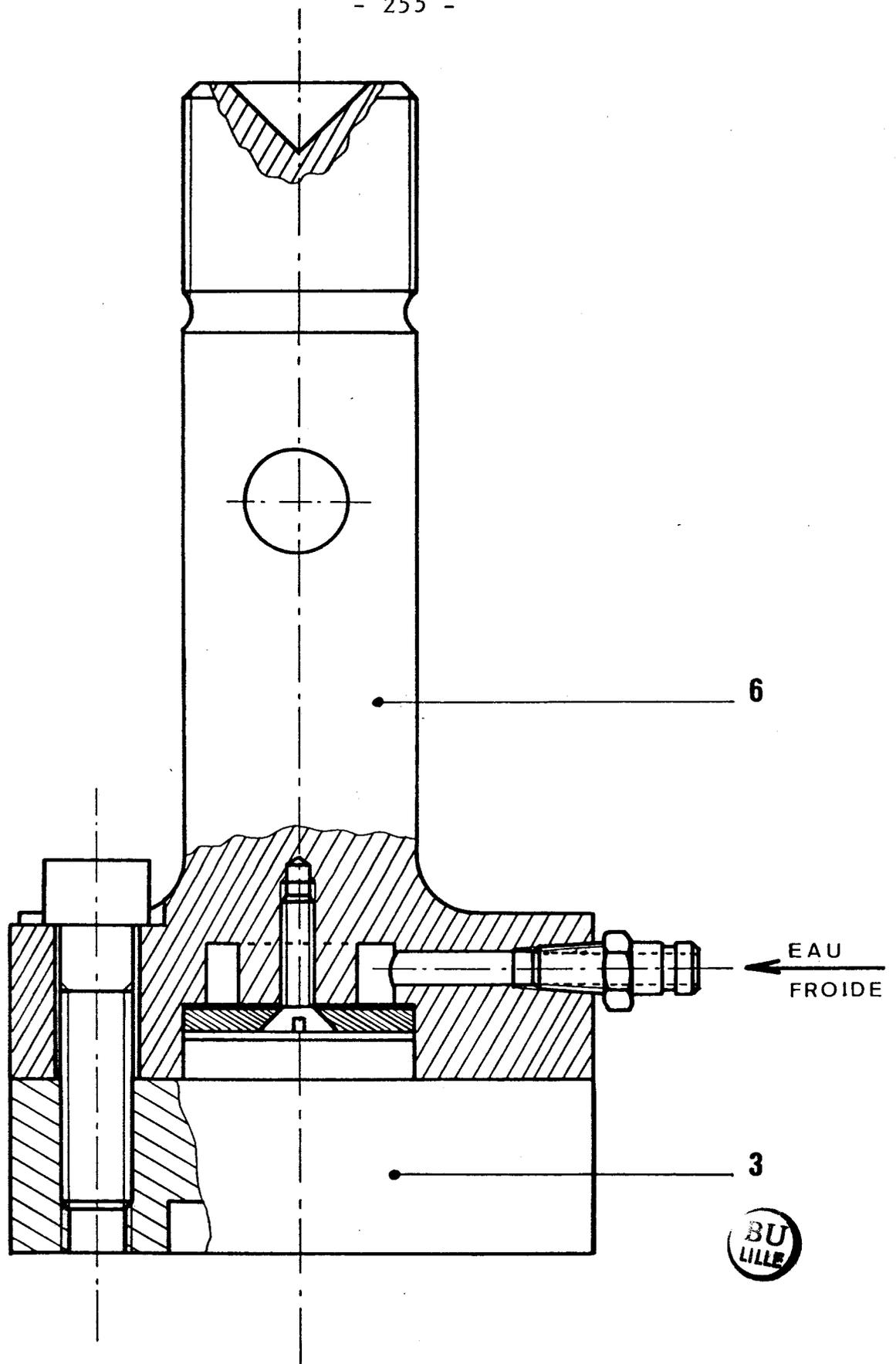


FIGURE 5
MONTAGE DES BARRES D'AMARRAGE

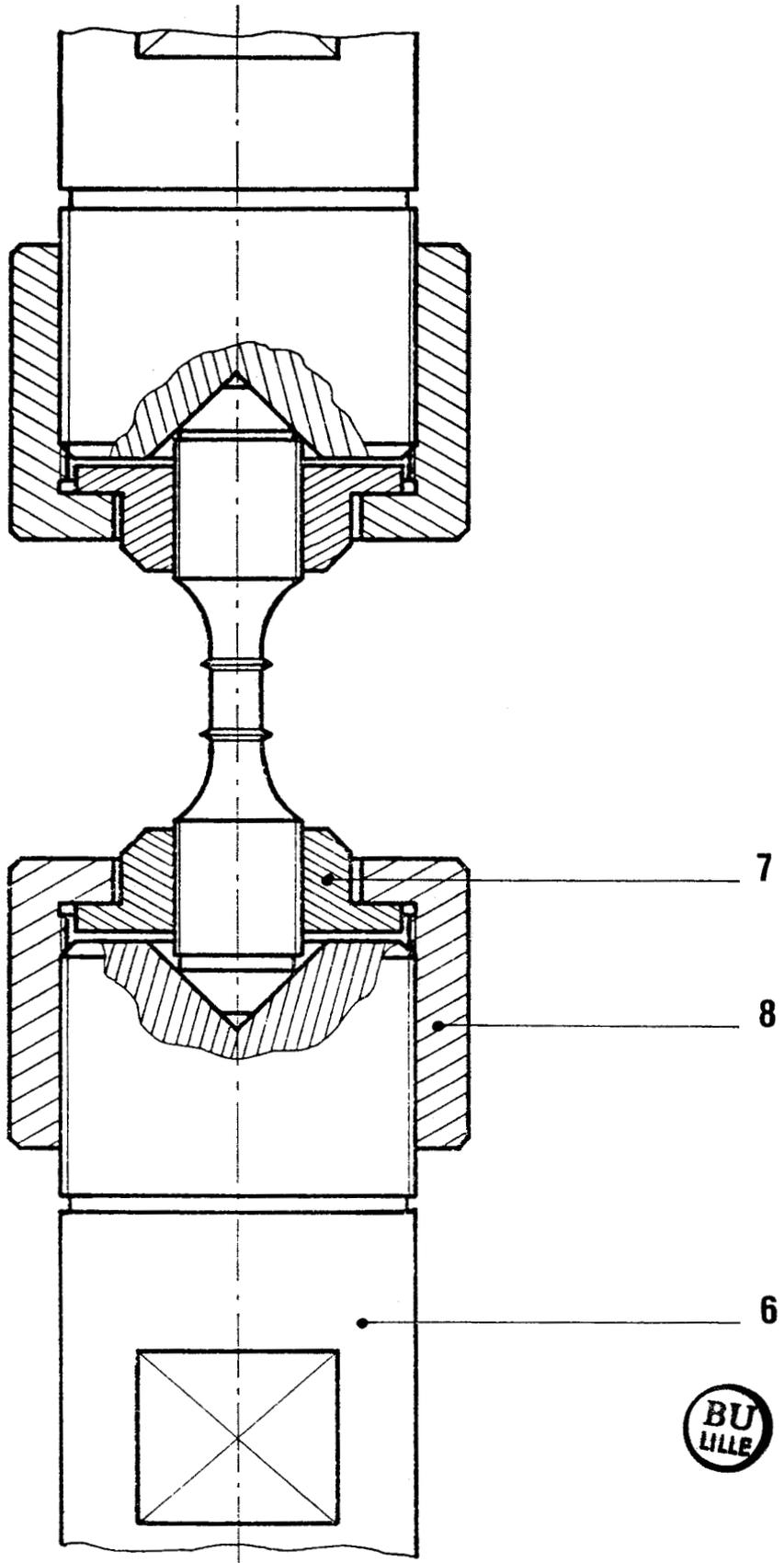


FIGURE 6

AMARRAGE EN FATIGUE A CHAUD		
échelle = 1	15_04_81	G.S. DEGALLAIX
LABO. METALLURGIE		U.S.T. LILLE

PHOTO 6
MORS D'AMARRAGE ET EXTENSOMÉTRIE
POUR ESSAIS DE FATIGUE À CHAUD

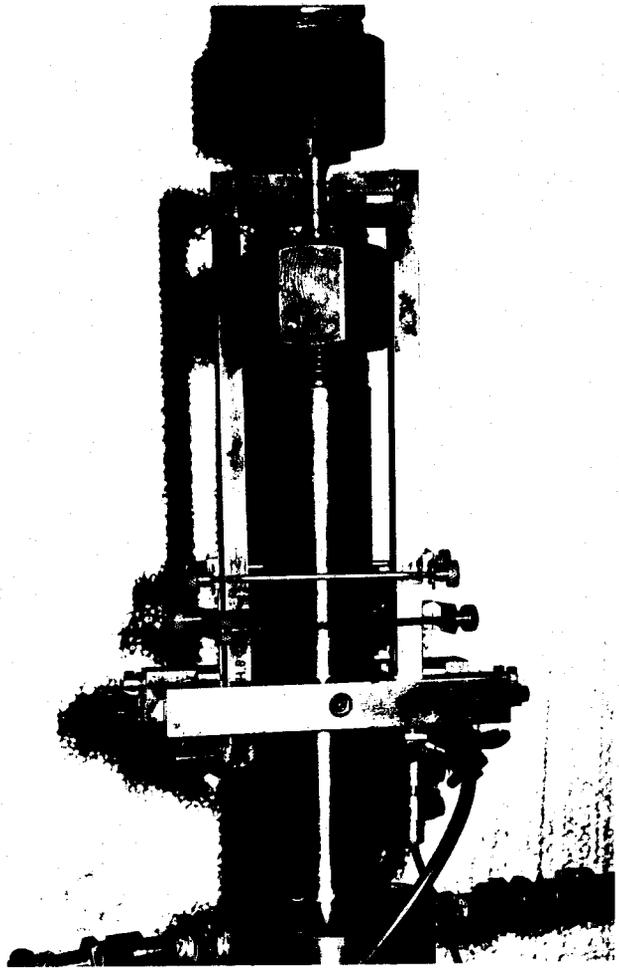


PHOTO 7
SYSTÈME DE RIGIDIFICATION DU
GUIDAGE DU VÉRIN

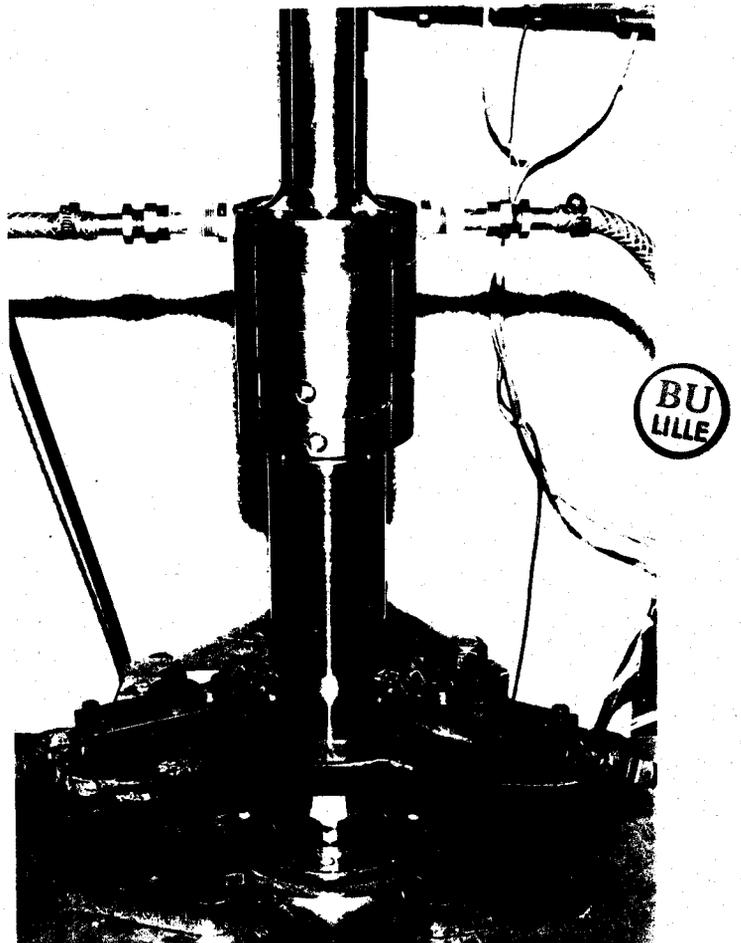
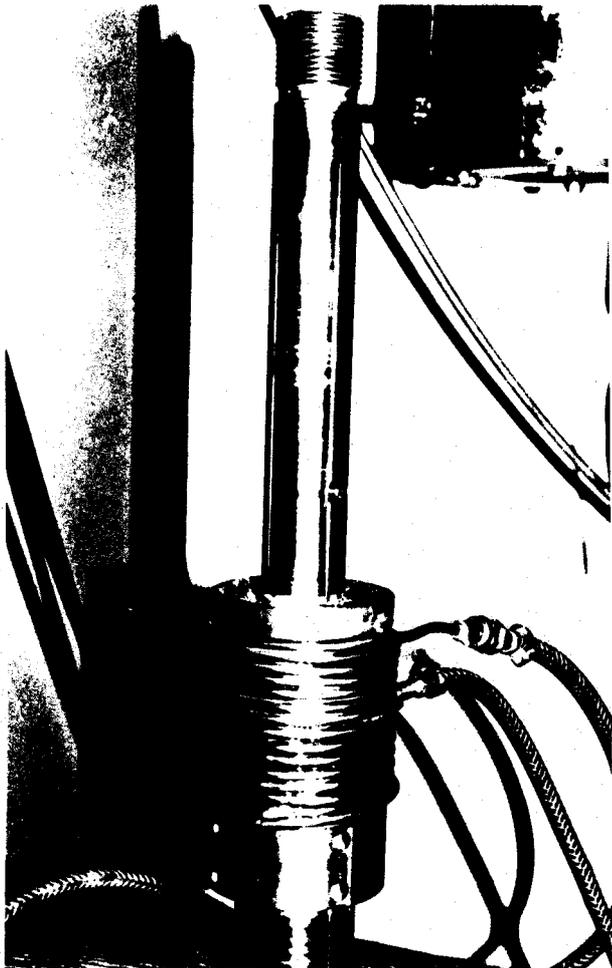
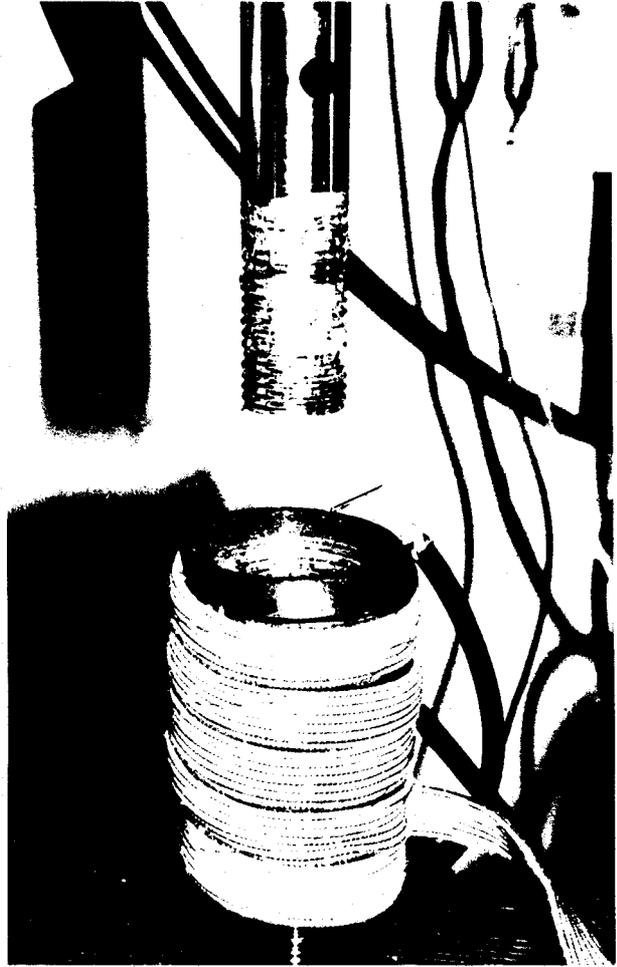


PHOTO 8

MORS INFÉRIEUR :
SYSTÈME D'ANCRAGE PAR MÉTAL
DE WOOD



BU
LILLE

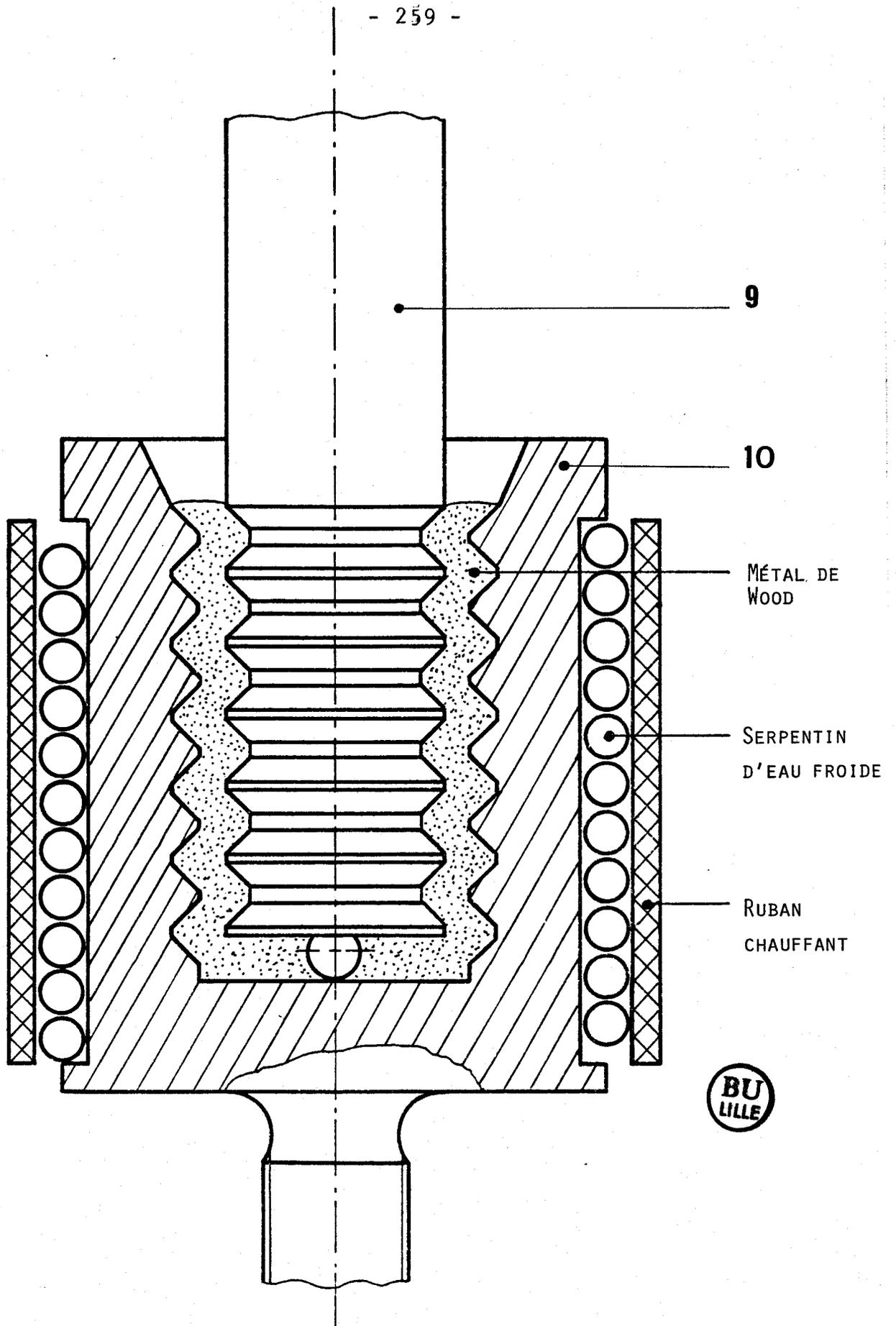


FIGURE 7

ANCRAGE DE LA BARRE D'AMARRAGE INFÉRIEURE PAR MÉTAL DE WOOD

III.3. Extensométrie

Pour les essais de fatigue, 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 qui lui est connecté est celui du capteur de déplacement du vérin de la machine MTS.

Ce capteur contrôle la déformation longitudinale de l'éprouvette par mesure du déplacement relatif de 2 tiges de renvoi en nimonic fixées aux collerettes de l'éprouvette.

Leurs extrémités inférieures sont liées élastiquement à la barre d'amarrage par des petites lames de ressort.

De plus, les tiges de renvoi sont pourvues d'un système de refroidissement par circulation d'air comprimé afin d'éliminer toute dérive électrique et tout endommagement par échauffement du capteur.

Pour les essais de traction, on utilise un capteur LVDT de même type mais de course 10 mm.

Le montage diffère de celui utilisé pour la fatigue par la possibilité de dégagement complet des tiges de renvoi et du capteur, ce qui autorise les essais jusqu'à la rupture.

Les photos 9 et 10 montrent ces dispositifs.

PHOTO 9
MONTAGE DE L'EXTENSOMÈTRE
POUR ESSAIS DE FATIGUE
(DÉTAIL)

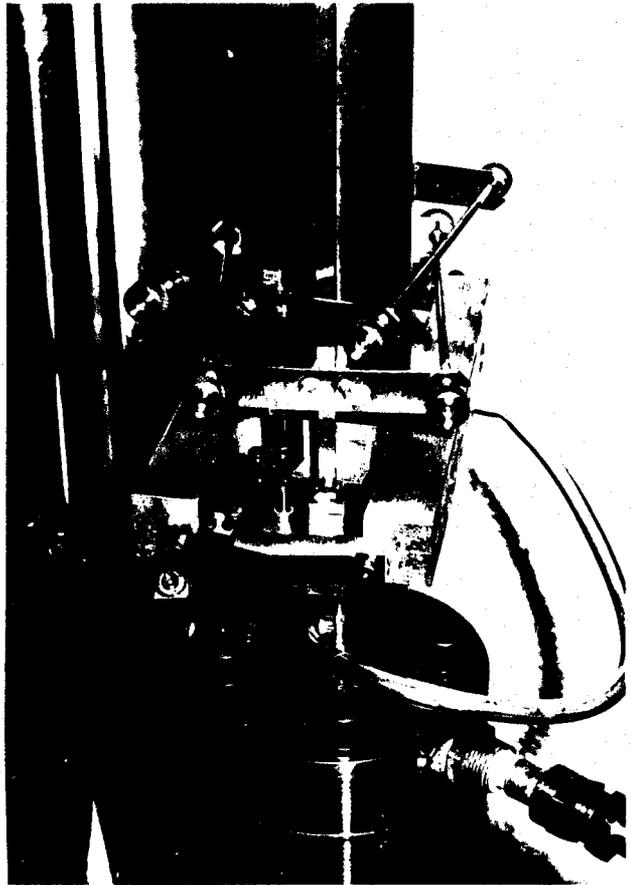
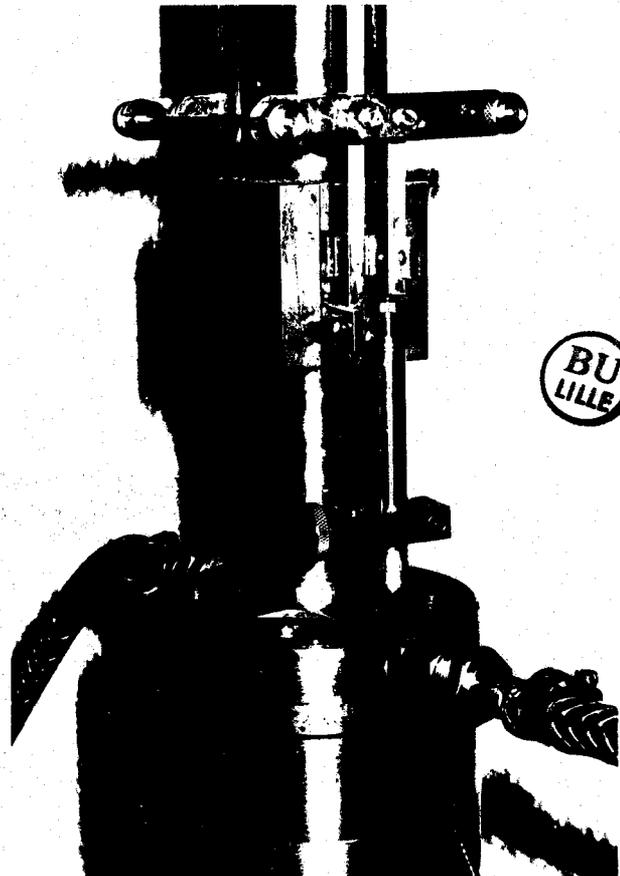


PHOTO 10
MONTAGE DE L'EXTENSOMÈTRE
POUR ESSAIS DE TRACTION
(DÉTAIL)



III.4. Four

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

Ce four comporte 3 zones de chauffe afin de réduire les gradients thermiques le long de l'éprouvette.

La régulation de la température se fait grâce à un thermocouple coaxial chromel/alumel placé à 1 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 par un cordon d'amiante (voir photo 12).

Pour l'isolation thermique, nous avons utilisé des disques d'abestolox (composé à base d'amiante) et une grosse mèche d'amiante au-dessus du four, et de la laine de quartz en-dessous afin de ne pas gêner le déplacement des tiges d'extensométrie (photo 13).

L'étalonnage du four a permis le réglage des 3 zones de chauffe, de la pente de montée en température (en ajustant le gain proportionnel) et de l'amplitude des oscillations autour de la consigne (en jouant sur le coefficient dérivé) de façon à obtenir des variations de température inférieures à 2°C sur une longueur de génératrice de 20 mm, pour une température de 600°C. Dans ce but, nous avons soudé par point sur une éprouvette d'essai sans collerettes 9 thermocouples Chromel - Alumel = 3 à 120° sur 3 niveaux (photos 14 et 15).

PHOTO 12
INTÉRIEUR DU FOUR OUVRANT :
POSITION DES THERMOCOUPLES
DE RÉGULATION ET DE MESURE

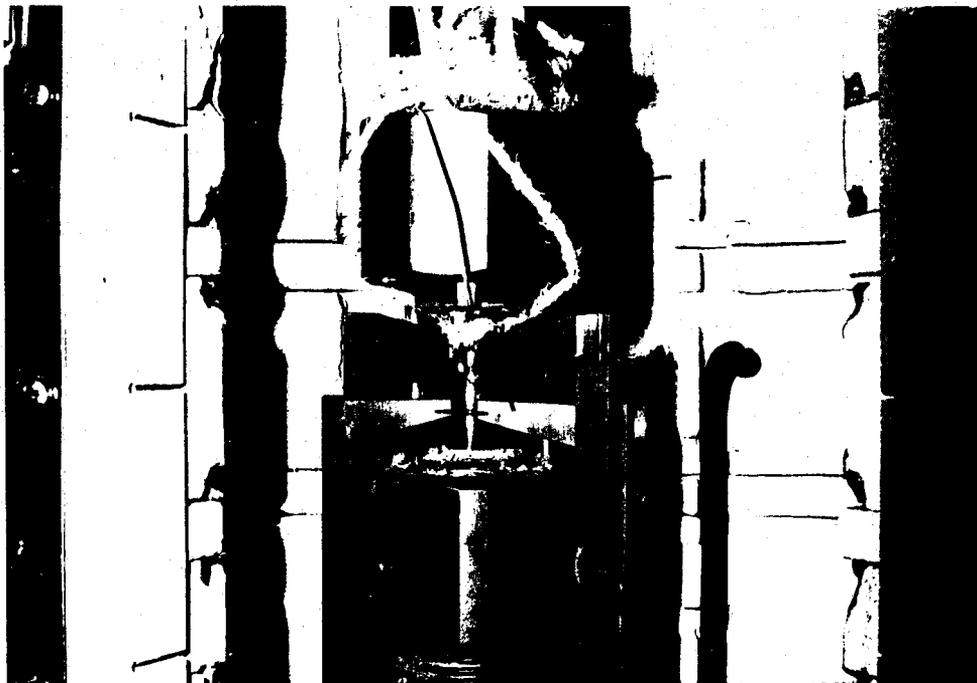


PHOTO 13
VUE GÉNÉRALE DU
MONTAGE À CHAUD

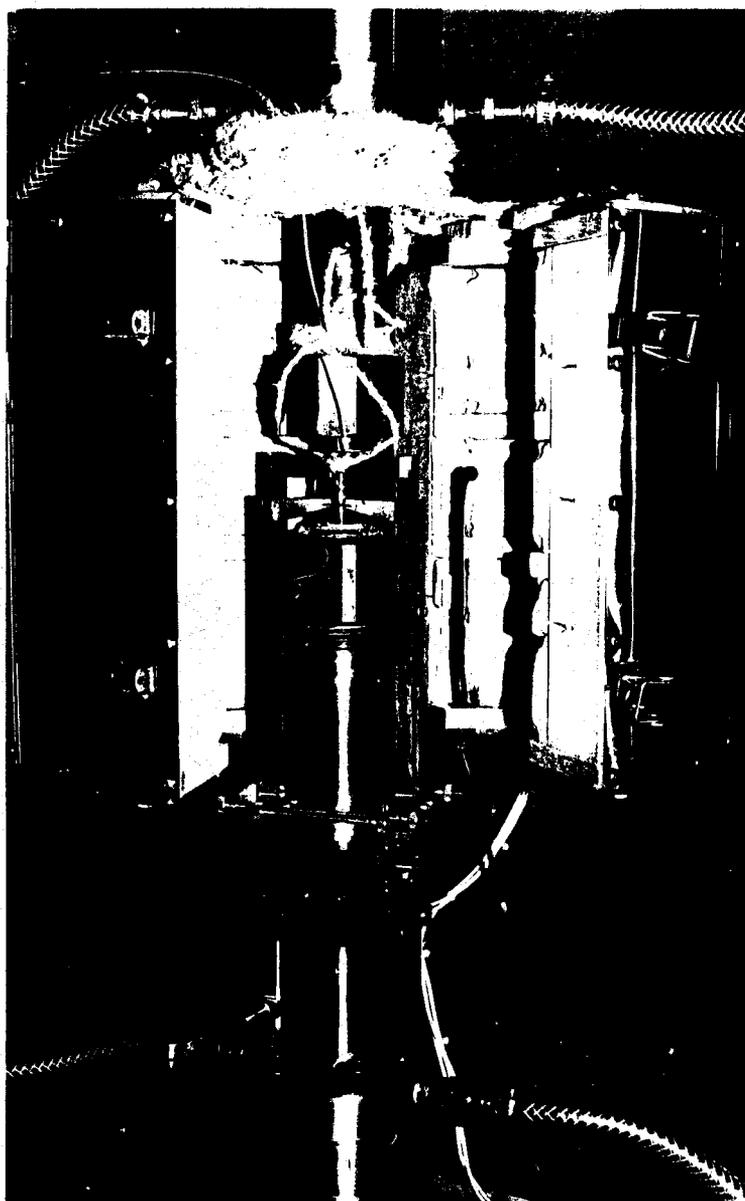


PHOTO 14
SOUDAGE PAR POINTS
DES 9 THERMOCOUPLES
D'ÉTALONNAGE

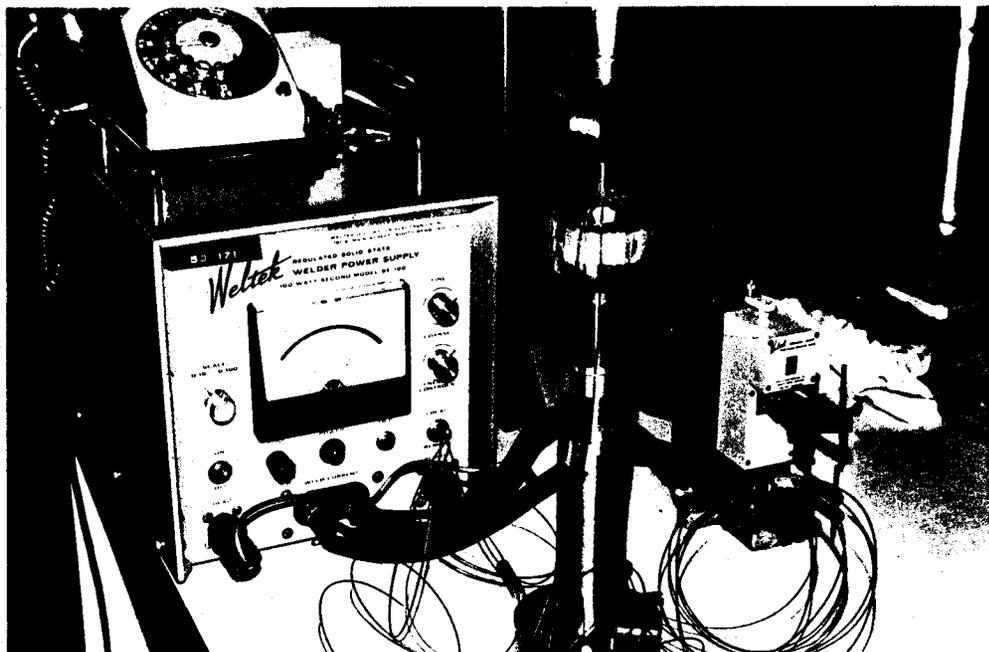
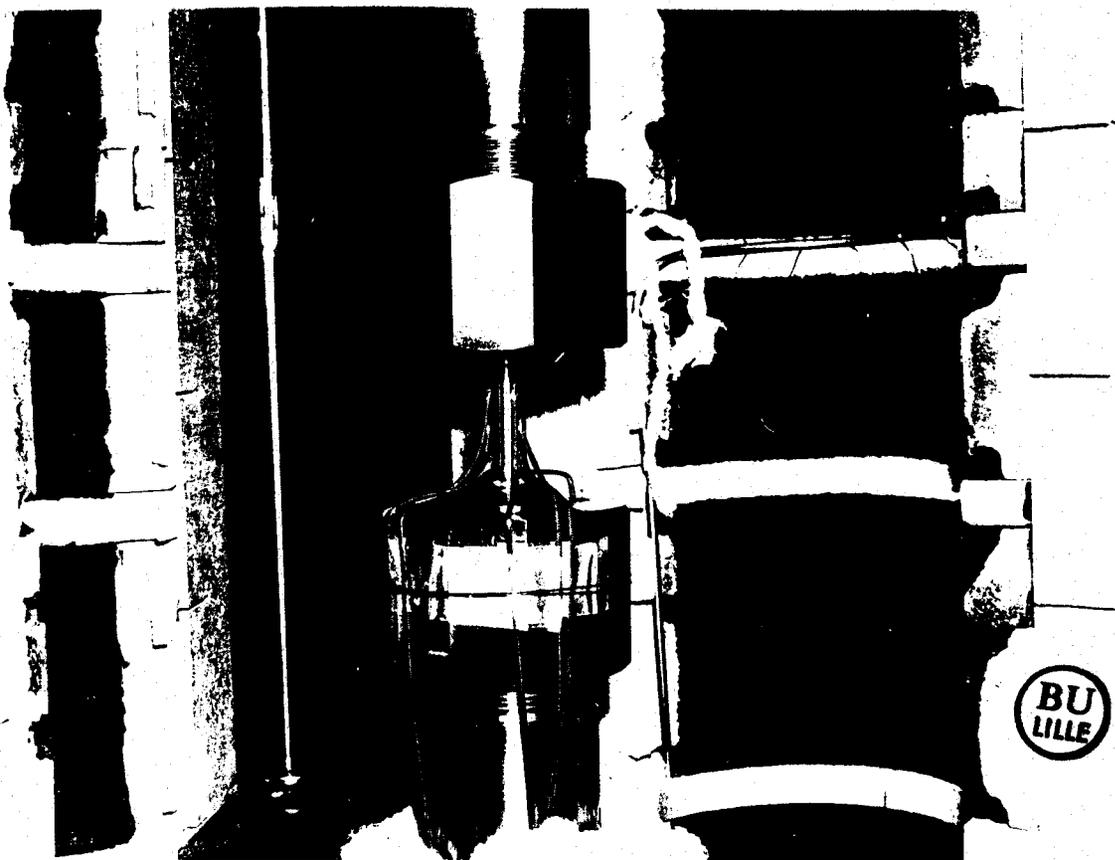


PHOTO 15
ÉTALONNAGE
DU FOUR



IV - CONCLUSION

Les équipements qui viennent d'être décrits sont le résultat :

- . d'une analyse des procédures expérimentales utilisées par d'autres laboratoires tant universitaires qu'industriels
- . de notre propre expérience acquise depuis 1980
- . et du budget d'équipement relativement serré qui nous a été attribué.

Ce dernier point ne nous a offert, en fait, qu'un choix réduit en ce qui concerne les moyens de chauffage et d'extensométrie à chaud nous imposant par suite toute la "physiologie" du montage. Ainsi en est-il par exemple des collerettes des éprouvettes à chaud.

Ces collerettes conduisent évidemment à un problème de concentration de contraintes à leur base qui entraîne une diminution de résistance de l'éprouvette et une initiation privilégiée des fissures de fatigue. On trouvera en Annexe 1 une approche du calcul des coefficients de concentration de contraintes correspondant aux géométries adoptées.

Néanmoins, compte-tenu de ces différents aspects, les équipements actuels nous donnent satisfaction tant vis-à-vis des essais de traction que des essais de fatigue oligocyclique. Ce fait a pu être vérifié dans le cadre d'essais croisés de la Société Française de Métallurgie (GT5). Une synthèse en est présentée en Annexe 2.

ANNEXE 1

ESTIMATION DES FACTEURS DE CONCENTRATION DE CONTRAINTES K_T

On trouvera ci-après une estimation des facteurs de concentrations de contraintes K_T en traction. K_T est le rapport entre la contrainte maximale réelle dans la section de l'entaille et la contrainte nominale calculée par la R.D.M.

Soulignons que :

* les K_T sont calculés ici :

- . en traction statique
- . dans le domaine élastique

* les K_T se rapportent à une discontinuité géométrique de forme ("entaille mécanique") et ne prennent donc pas en compte les "entailles" d'origine métallurgique (inclusions,...) ou de fabrication (stries d'usinage, rugosité,...)

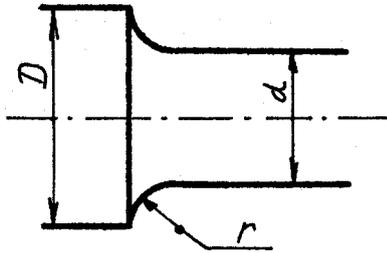
On sait, par ailleurs, qu'en fatigue-endurance on peut introduire un coefficient effectif de concentration de contrainte K_f et que $1 < K_f < K_T$.

Etant donné que tous nos essais s'effectuent avec une forte composante plastique, les chiffres donnés dans la suite ne constituent donc qu'une information sur l'incidence des profils d'éprouvettes adoptés en comparaison avec une éprouvette lisse.

1. Eprouvette à l'ambiante

Il s'agit d'un "arbre épaulé" au pied de la partie utile soumis à de la traction simple (CETIM (*) p.16-17).

$d = 10 \quad D = 13 \quad r = 15 \quad t = \frac{D-d}{2} = 1,5$



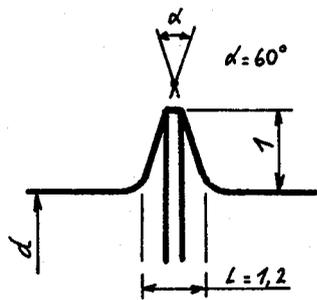
$\frac{d}{D} = 0,77$

$\frac{r}{t} = 10$

$K_t = 1,08$

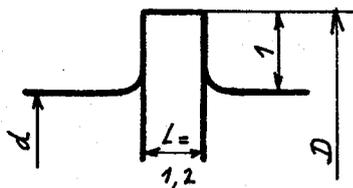
2. Eprouvette à chaud

Il s'agit d'un "arbre avec épaulements à bords inclinés" (ib. p.64).



$K_t = K_{t1} \sqrt{\cos \frac{\alpha}{2}}$

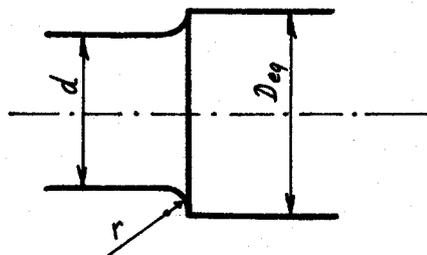
avec K_{t1} défini pour un même arbre à deux épaulements droits (ib. p.22).



Les deux épaulements étant rapprochés, le calcul se fait comme dans le cas d'un simple épaulement (ib. p.16) mais avec un diamètre D équivalent

$D_{eq} = d + 0,3 L$

$d = 10 \quad D_{eq} = 10,36 \quad r = 0,2$



$K_{t1} = 1,75$

d'où :

$K_t = 1,68$

* "Les Concentrations de Contraintes - Guide du dessinateur" par J.P. FAURIE, P. MONNIER, A. NIKU-LARI, R. SUTTERLIN, éd. CETIM - 1977.

ANNEXE II

RESULTATS D'ESSAIS CROISES ENTRE NEUF LABORATOIRES

Ces essais s'inscrivent 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).

Le matériau testé est un acier inoxydable austénitique Z3 CND 17-12 hypertrempé. Les principales caractéristiques d'identification sont les suivantes :

- appellation : ICL 167 SPH
- coulée : T 9075
- tôle : 2000 x 7000 x 30 mm
- repère : SQ

CONDITIONS DES ESSAIS

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

RESULTATS DES ESSAIS

Ils sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Eprouvette	N_R	N_{25}	$\epsilon_{ta} (\%)$	$\epsilon_{pa} (\%)$	$\epsilon_{ea} (\%)$	σ_a (MPa)	$\sigma_a \max$ (MPa)	$\sigma_t \max$ (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

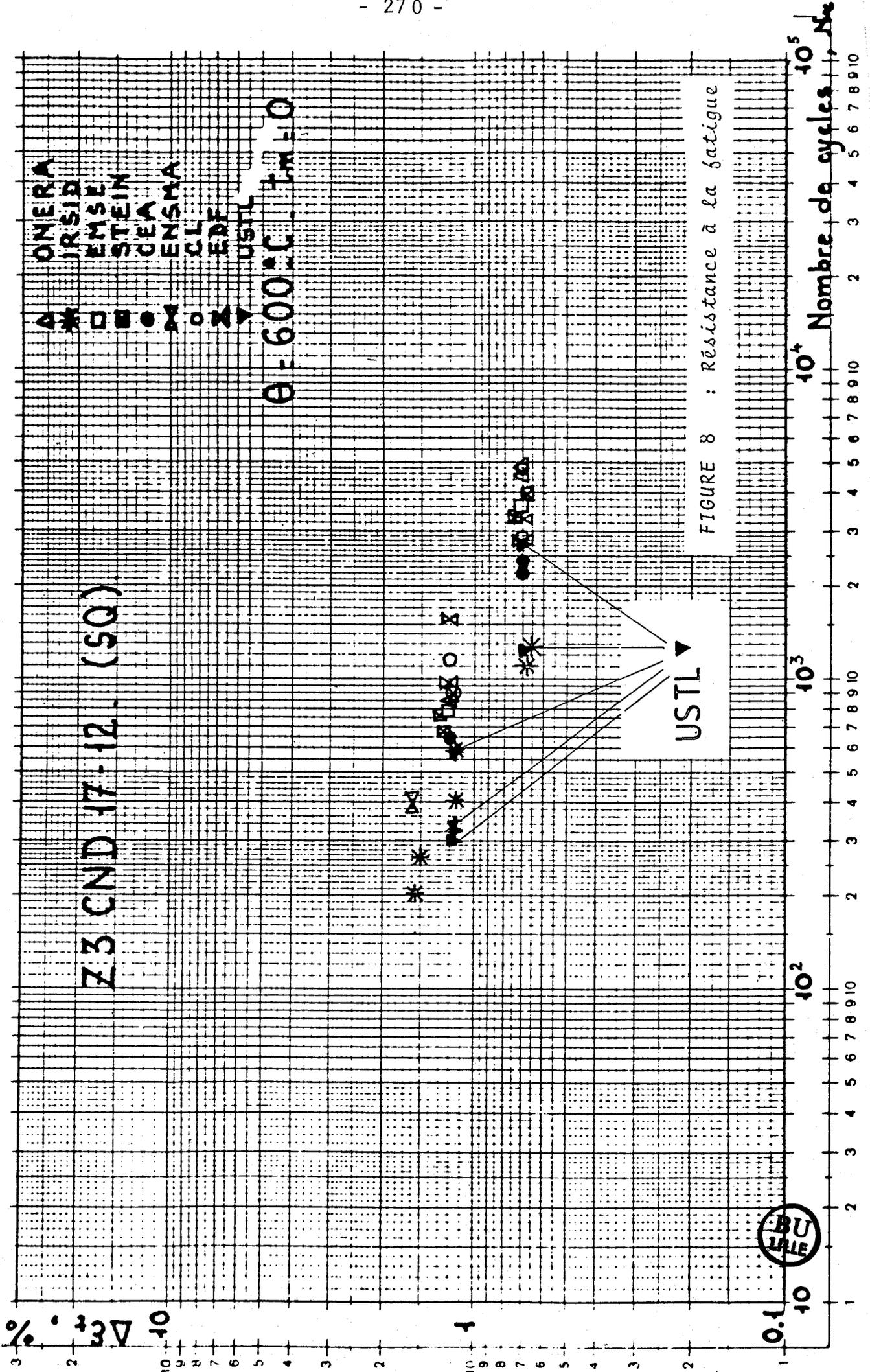
N_{25} : nombre de cycles correspondant à une chute de $\sigma_t \max$ de 25 % (contrainte maxi en traction)

Tableau 1
Résultats d'essais de fatigue

Les figures ci-après donnent la synthèse des résultats des neuf laboratoires ayant participé à ce programme (ONERA, IRSID, EMSE, STEIN-INDUSTRIE, CEA, ENSMA, CREUSOT-LOIRE, EDF et nous-mêmes).

La figure 8 présente le diagramme de MANSON-COFFIN $\Delta\epsilon_t - N_R$ et la figure 9 le diagramme d'endurance $\frac{\Delta\sigma}{2} - N_R$.

Il apparaît clairement que nos résultats se placent correctement dans la bande de dispersion des essais et que de plus, ils sont directement comparables avec ceux de l'IRSID, qui a adopté le même type d'éprouvette.



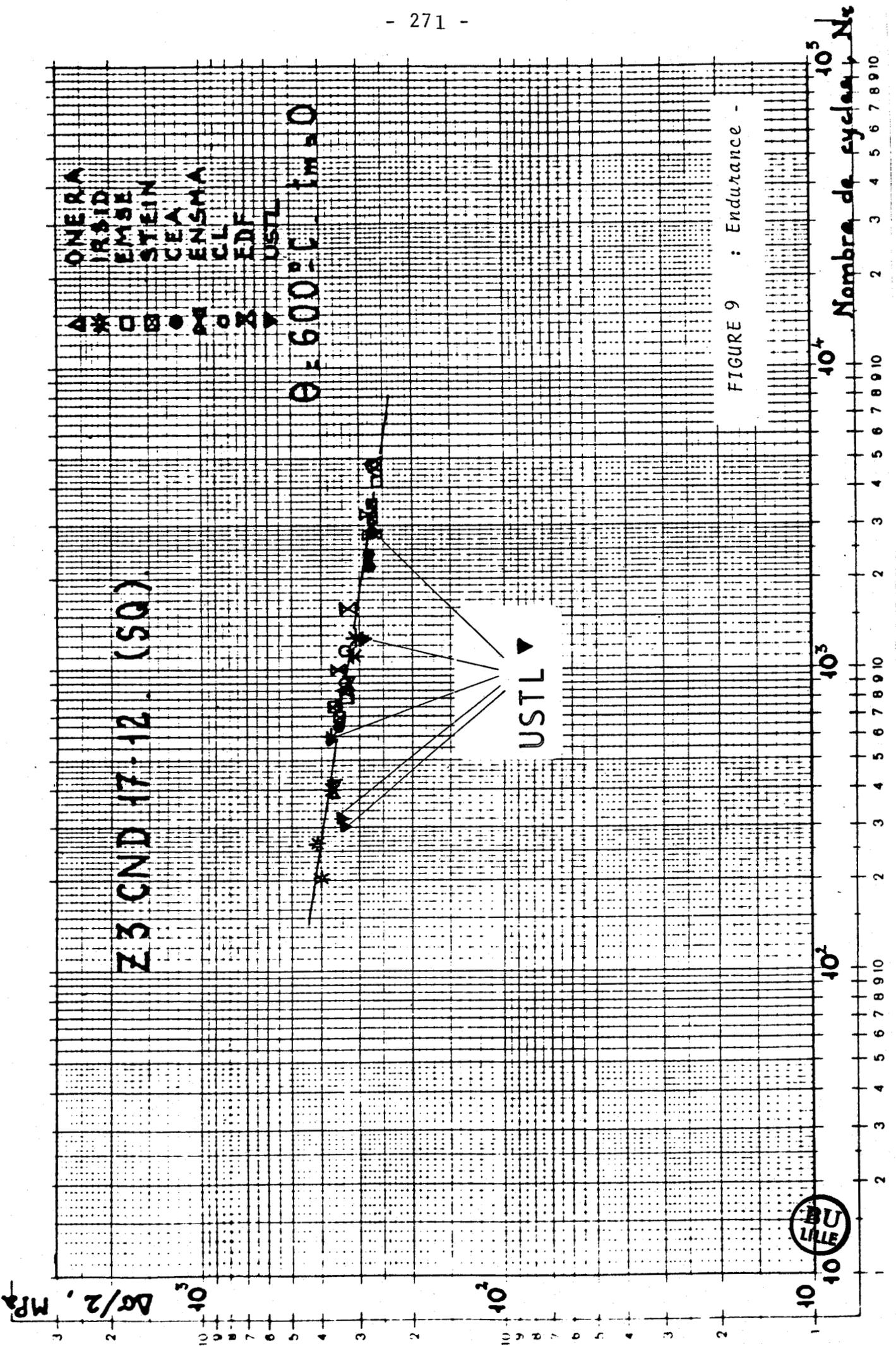


FIGURE 9 : Endurance -

CHAPITRE III

INTERPRETATION DES RESULTATS

PLAN DU CHAPITRE III

III.1. CARACTERISTIQUES DE TRACTION MONOTONE

- III.1.1. Caractéristiques de traction monotone
à température ambiante
 - III.1.1.1. Influence de la teneur en interstitiels
 - III.1.1.2. Influence d'un vieillissement préalable
- III.1.2. Caractéristiques de traction monotone à 600°C
 - III.1.2.1. Influence de la teneur en Azote
interstitiel
 - III.1.2.2. Influence d'un vieillissement préalable
- III.1.3. Discussion des résultats

III.2. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

- III.2.1. Comportements en fatigue oligocyclique
à température ambiante
 - III.2.1.1. Effet du carbone interstitiel
 - Ecrouissage cyclique et évolution des
contraintes au cours d'un essai
 - Résistance à la fatigue oligocyclique
 - III.2.1.2. Effet de l'Azote
 - a. Effet de l'Azote interstitiel
 - Ecrouissage cyclique et évolution
des contraintes au cours d'un essai
 - Résistance à la fatigue oligocyclique
 - Existence d'un maximum de durée
de vie et relation entre N_R , $\Delta\varepsilon_p$ et X
 - b. Effet d'un vieillissement préalable
 - Ecrouissage cyclique et évolution
des contraintes au cours d'un essai
 - Résistance à la fatigue oligocyclique
 - c. Energies dissipées
 - III.2.1.3. Analyse des sous-structures de dislocations

- III.2.1.4. Analyse des faciès de rupture
 - a. Morphologie des faciès
 - b. Vitesses de fissuration
 - c. Conclusions
- III.2.1.5. Interprétation du rôle de l'Azote sur la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers type 316 L
- III.2.1.6. Rôle de l'Azote interstitiel sur le comportement d'accommodation des aciers 316 LN
- III.2.2. Comportement en fatigue oligocyclique à 600°C des aciers E et H vieillis
 - III.2.2.1. Analyse des résultats d'essais
 - Evolution des contraintes au cours du cyclage et écrouissage cyclique
 - Résistance à la fatigue oligocyclique
 - III.2.2.2. Analyse des sous-structures de dislocations par microscopie électronique en transmission
 - III.2.2.3. Analyse des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage
 - III.2.2.4. Interprétation du comportement en fatigue oligocyclique à 600°C des aciers E et H vieillis

III.3. EFFET PORTEVIN - LE CHATELIER

- III.3.1. Analyse bibliographique
- III.3.2. Résultats expérimentaux et discussion

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III

III.1. CARACTERISTIQUES DE TRACTION MONOTONE

L'étude du comportement en traction monotone des aciers 316 à l'Azote ne constitue pas l'objectif essentiel de notre travail, mais ne doit cependant pas être négligée. L'influence de l'Azote interstitiel sur les caractéristiques monotones des aciers 316 L - 316 LN a déjà été étudiée dans d'importantes gammes de compositions (0,05 - 0,18 % pds N), de températures (20 - 600°C) et de tailles de grains (25 - 150 μ m) (cf bibliographie § I.2.2). Nos essais de traction monotone ont été conçus comme complément des essais de fatigue et dans un but de caractérisation des états structuraux étudiés ; ils ne nous permettent pas forcément de bâtir une interprétation complète des résultats de limite d'élasticité et d'écrouissage.

Nous décrivons tout d'abord les principaux résultats obtenus : limite d'élasticité R_e , résistances à la rupture R_m , coefficients K et exposants n d'écrouissage monotone et l'influence de la teneur en interstitiels et du vieillissement préalable sur ces caractéristiques, à 20°C puis à 600°C.

Nous proposons ensuite une interprétation physique des variations obtenues, en comparaison d'autres résultats de la littérature, à la lumière des modèles physiques existants.

Acier		A	B	C	D	E	F	G	H
Carbone	Teneur atomique (%)	0,093	0,244	0,189	0,102	0,120	0,065	0,097	0,110
	Teneur pondérale (%)	0,020	0,053	0,041	0,022	0,026	0,014	0,021	0,024
Azote	Teneur atomique (%)	0,115	0,127	0,040	0,282	0,317	0,478	0,852	0,987
	Teneur pondérale X (%)	0,029	0,032	0,010	0,071	0,080	0,120	0,215	0,250

Tableau III.1.1.

Teneurs pondérales et atomiques en carbone et en azote



III.1.1. CARACTERISTIQUES DE TRACTION MONOTONE A TEMPERATURE AMBIANTE.

III.1.1.1. Influence de la teneur en interstitiels

Les compositions en Azote et Carbone des aciers étudiés sont définies dans le tableau III.1.1. en pourcentages atomiques et pondéraux.

Les trois premiers aciers (aciers A, B, C) se différencient essentiellement par leurs teneurs en Carbone (0,020 ; 0,053 ; 0,041 % pds respectivement). Les aciers A et B hypertremés sont des solutions solides au Carbone, tandis que l'acier C est un acier stabilisé au Titane, dont la teneur effective en interstitiels devrait être voisine de celle de l'acier A. Les limites d'élasticité et résistances à la rupture des aciers A et C sont à peu près identiques ; celles de l'acier B sont légèrement supérieures en raison de sa plus forte teneur en Carbone interstitiel (figure III.1.1). La ductilité n'est pas réduite par ce léger durcissement, mais semble au contraire légèrement accrue.

La gamme des compositions en Azote étudiée est en revanche considérablement plus large (de 0,03 % pds pour l'acier A à 0,25 % pds pour l'acier H). Limite d'élasticité $Re_{0,2\%}$ et résistance à la rupture Rm varient quasi-linéairement avec la teneur atomique ou pondérale en Azote (figure III.1.2 et 3 respectivement). Malgré le nombre restreint d'essais, une régression linéaire (méthode des moindres carrés) fournit les lois de variation suivantes :

$$Re_{0,2\%} = 250 + 133 (\% \text{ at. N})$$

(MPa)

$$Re_{0,2\%} = 249 + 527 (\% \text{ pds N})$$

(MPa)

$$Rm = 551 + 149 (\% \text{ at. N})$$

(MPa)

$$Rm = 552 + 588 (\% \text{ pds N})$$

(MPa)

Il apparaît ainsi que l'addition d'Azote effectue une translation des valeurs de Re aux valeurs de Rm plutôt qu'une homothétie.

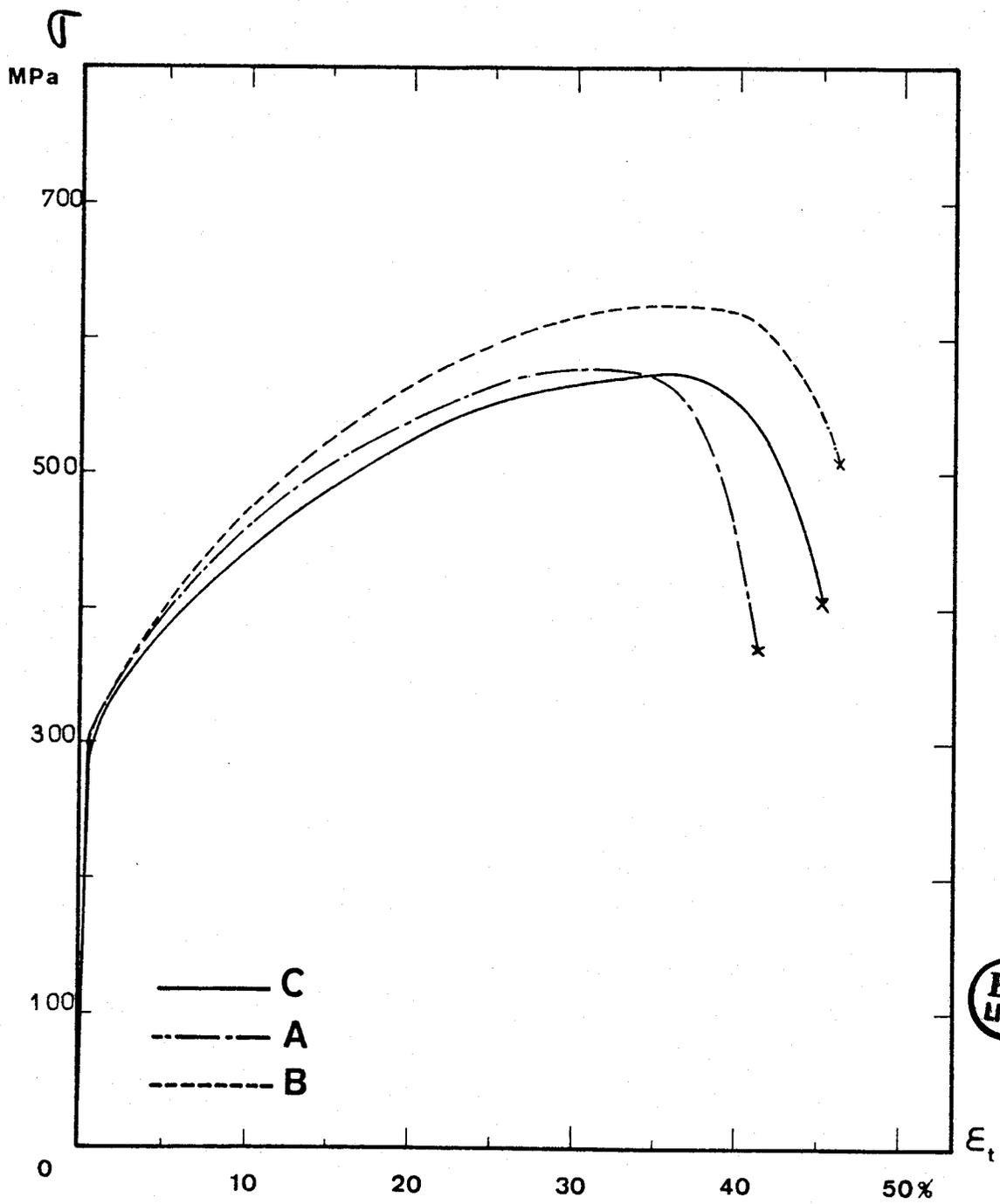


Figure III.1.1
Courbes conventionnelles de traction monotone
à température ambiante, des aciers A, B et C
(316 L, 316 et 316 T).

Les formules proposées par Pickering [1] pour définir R_e et R_m (§ I.1.3.1 et tableau III.1.2) surestiment les résistances à la rupture que nous obtenons, à fortes teneurs en Azote ($> 0,07$ % N). Mais elles sous-estiment de 25 % les limites d'élasticité. Pourtant le coefficient qu'il attribue au pourcentage en poids d'Azote dans $R_{e_{0,2}}$ est peu différent du nôtre (493 au lieu de 527 MPa), tandis que dans le calcul de R_m , son coefficient est très supérieur au nôtre (847 au lieu de 558 MPa). Les limites d'élasticité que nous obtenons excèdent également celles prévues par Norström [2] (cf § 1.2.2.2 et tableau III.1.2), mais la divergence s'atténue lorsque la teneur en Azote croît (excès de 15 % pour 0,03 % pds N à 4 % pour 0,25 % pds N). La variation linéaire des valeurs de R_e avec (% N) que nous avons établie, semble en accord avec les valeurs de R_e mesurées par Norström à plusieurs températures comprises entre 20 et 600°C, bien que cet auteur n'utilise pas cette linéarité dans l'interprétation qu'il propose.

Le durcissement par addition d'Azote s'accompagne d'une perte de ductilité (figures III.1.2 et 3), qui reste néanmoins modérée en regard du fort gain de résistance obtenu.

Les droites représentant les lois d'écroutissement monotone $\sigma = K \varepsilon_p^n$ en diagramme bilogarithmique, sont définies dans le domaine $0,1 \leq \varepsilon_p \leq 3$ % (figure III.1.4.a). Elles se placent grossièrement l'une au dessus de l'autre à teneurs croissantes en Azote (K augmente avec le % pds N), alors que les pentes, c'est-à-dire les taux de durcissement, diminuent (n diminue quand le % pds N augmente) (cf figures III.1.4. b et c).

Une teneur croissante en Azote augmente donc fortement la limite d'élasticité des aciers 316 L tandis qu'elle diminue leur taux d'écroutissement. L'analyse des droites d'écroutissement définies de $\varepsilon_p = 0,1$ % à la striction, conduit aux mêmes conclusions.

Tableau III.1.2.

Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par les relations empiriques de Pickering et Norström, pour les limites d'élasticité $Re_{0,2}$ % et les résistances à la rupture R_m .

Acier	$Re_{0,2}$ % (MPa)			R_m (MPa)	
	mesuré	calculé (Pickering)	calculé (Norström)	mesuré	calculé (Pickering)
A	280	212	224	580	575
D	270	221	249	605	604
E	280	227	251	580	636
F	325	266	284	610	662
G	365	289	344	685	722
H	380	315	366	700	788



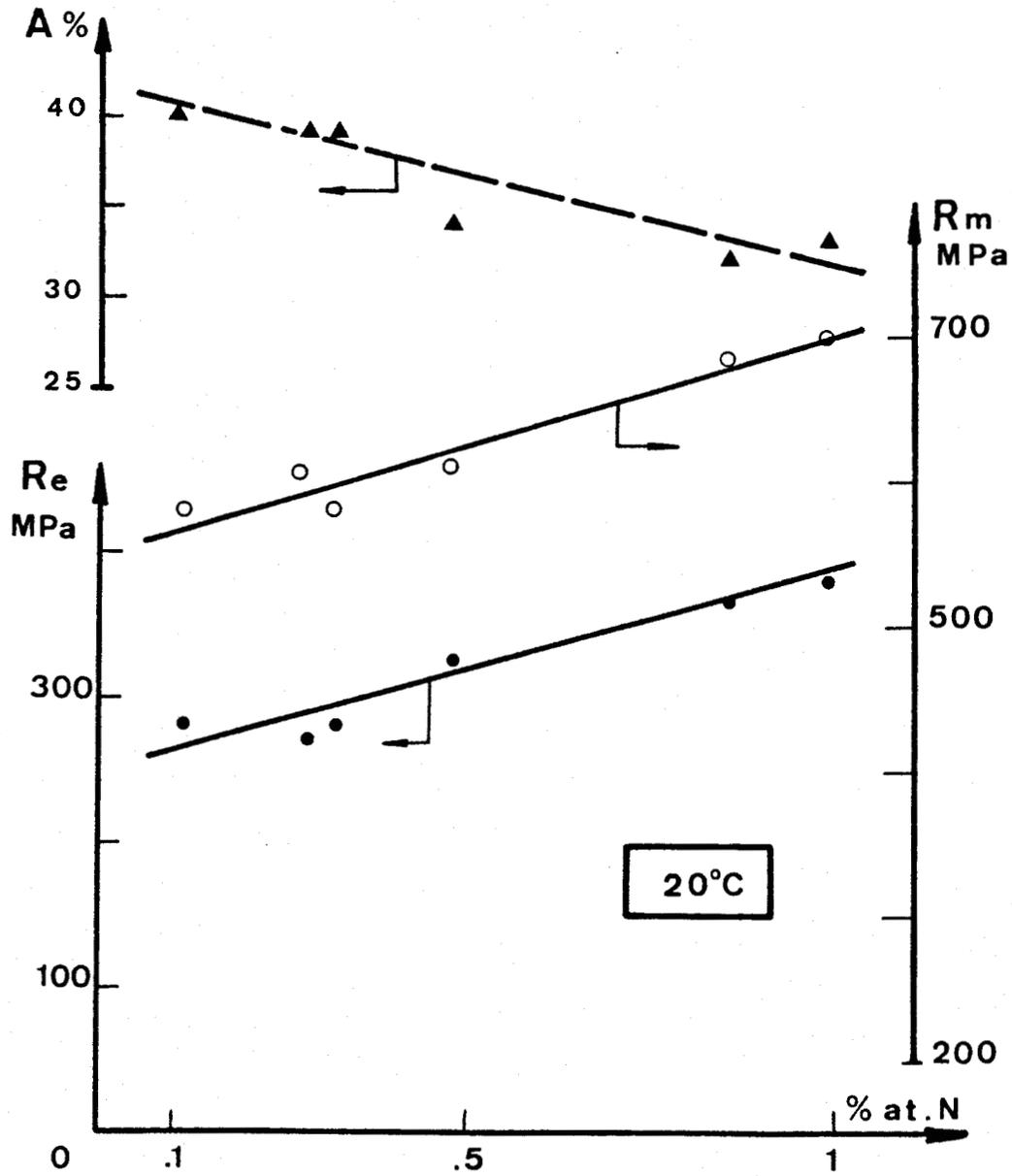


Figure III.1.2
Variation des caractéristiques de traction monotone
à température ambiante des aciers A, D, E, F, G, H
en fonction de leur teneur atomique en Azote interstitiel.

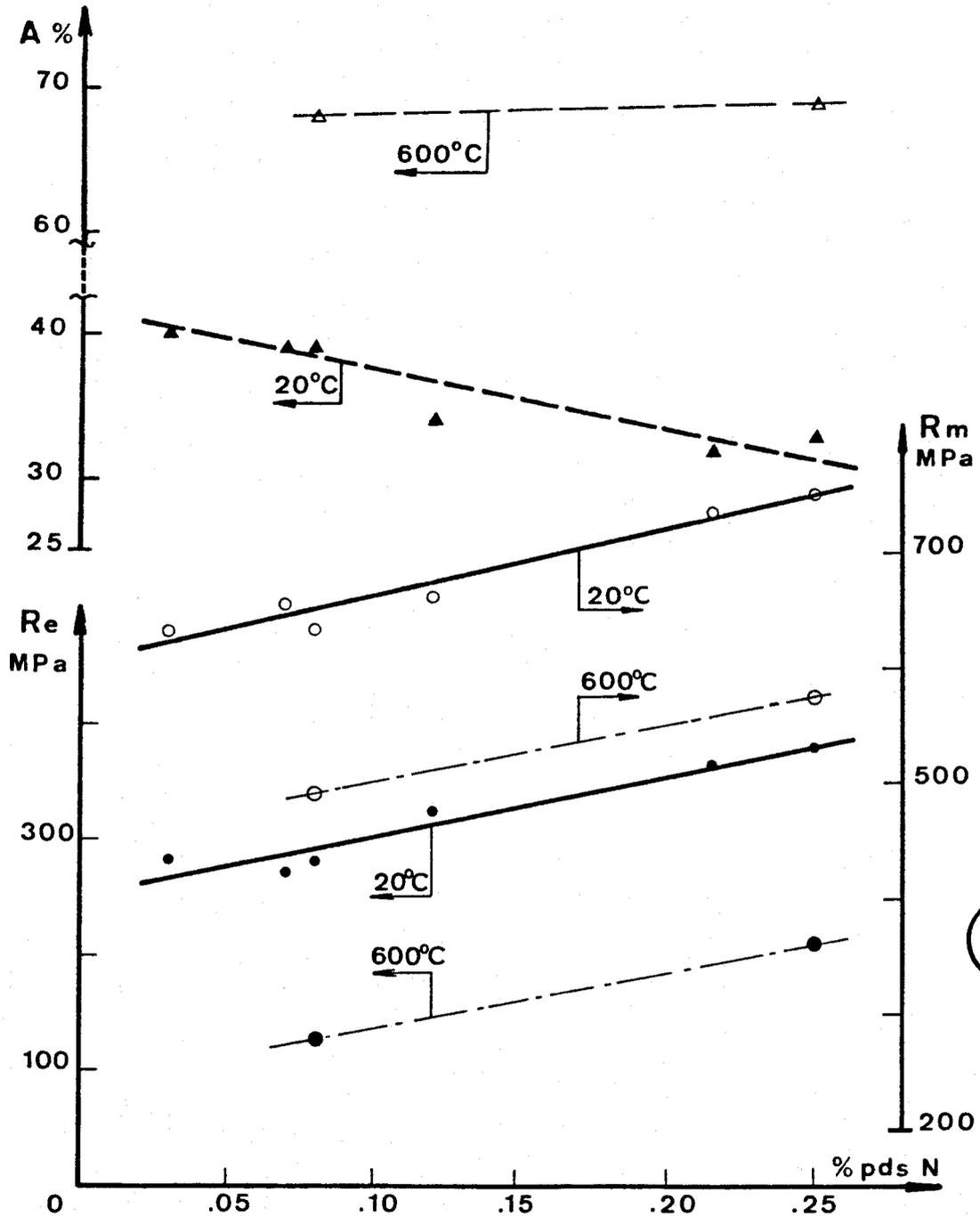


Figure III.1.3
Variation des caractéristiques de traction monotone
des aciers A, D, E, F, G, H en fonction de leur
teneur pondérale en Azote interstitiel.

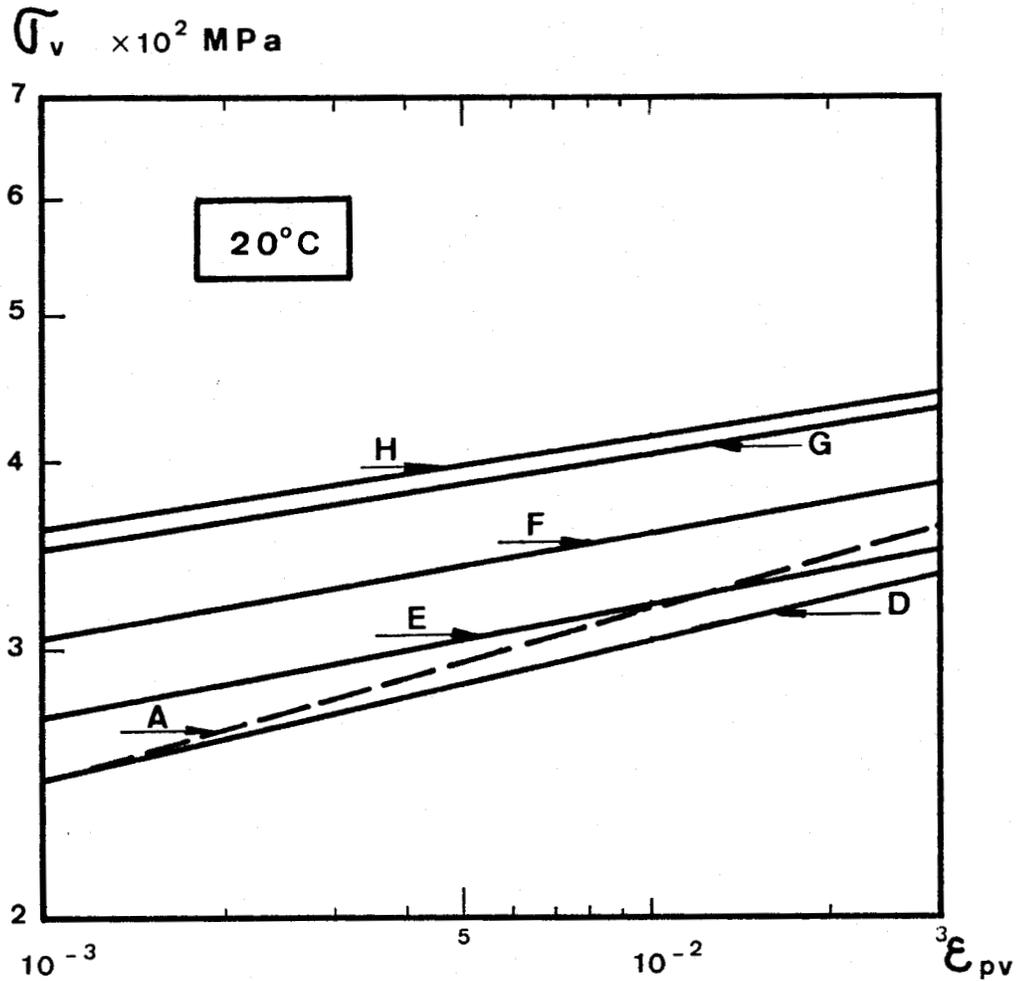


Figure III.1.4.a



Figure III.1.4

Caractéristiques d'érouissage monotone
à température ambiante, des aciers A, D, E, F, G, H hypere trempés

- Droites d'érouissage monotone ($0,1 \% < \epsilon_{pv} < 3 \%$)
- Coefficients d'érouissage K en fonction de la teneur pondérale en Azote.
- Exposants n d'érouissage en fonction de la teneur pondérale en Azote.

Figure III.1.4.b

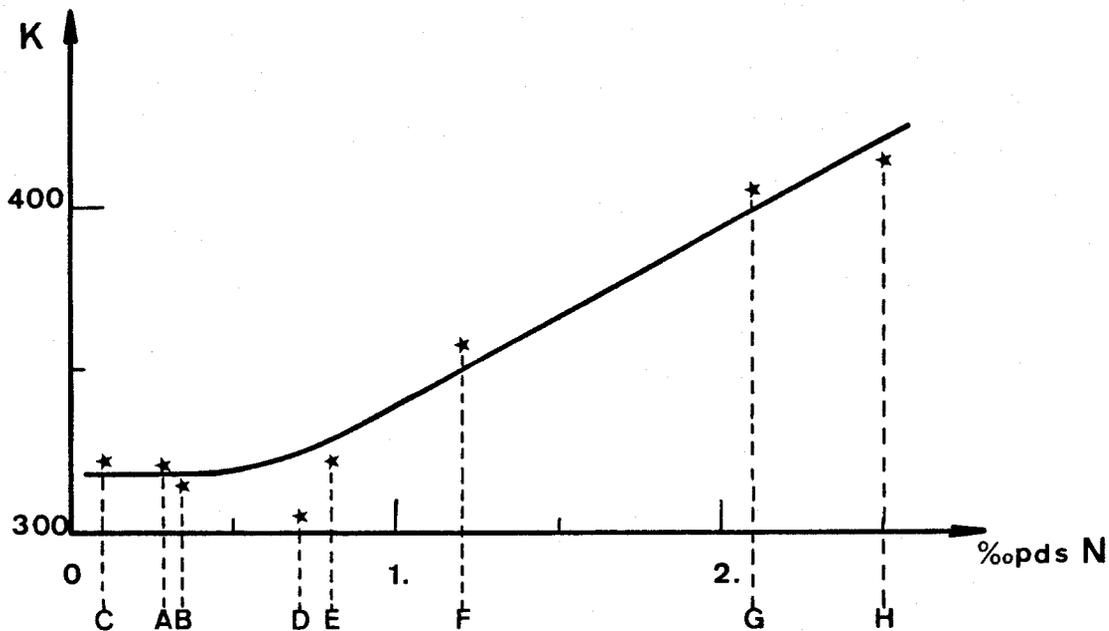
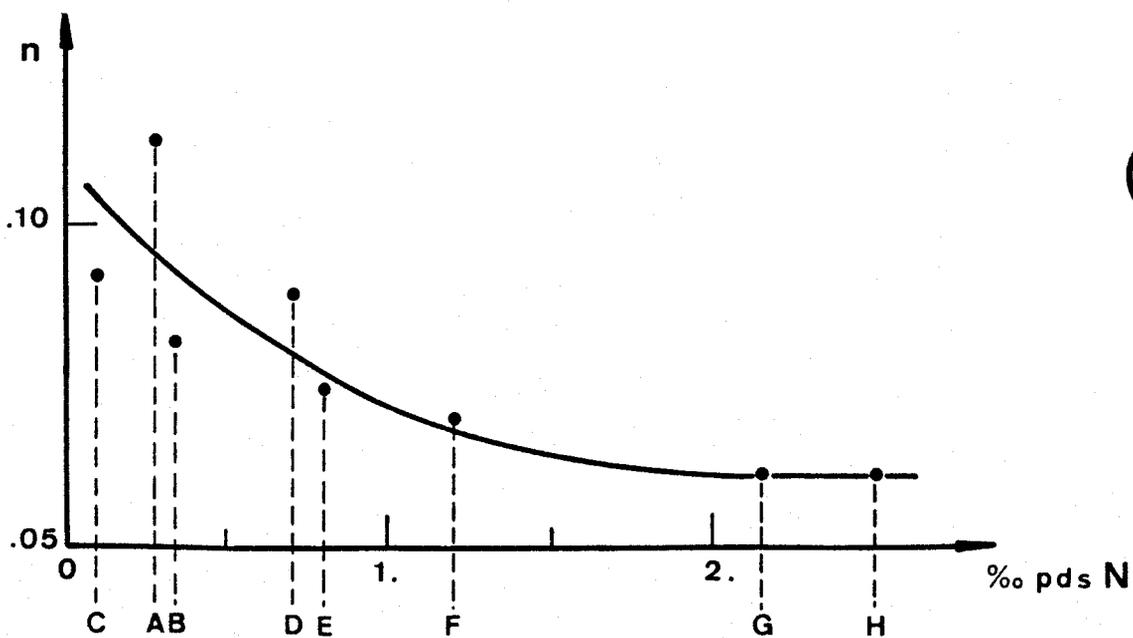


Figure III.1.4.c



III.1.1.2. Influence d'un vieillissement préalable

Les aciers E et H ont été vieillis 2 000 H et 10 000 H à 600°C (cf § II.1.3). Ces deux traitements de vieillissement seront désignés respectivement par les notations V et VV et l'état hyperefflué sera noté HT.

L'évolution des caractéristiques de traction monotone $R_{e0,2}$, R_m , A avec le temps de vieillissement t_v est représentée sur la figure III.1.5. Les limites d'élasticité et les charges à rupture augmentent légèrement avec le temps de vieillissement, essentiellement entre 0 et 2 000 H. Le durcissement modéré, dû à une précipitation matricielle de carbures et carbonitrures, s'accompagne d'une perte de ductilité non négligeable à forte teneur en Azote.

Les droites d'écrouissage monotone, obtenues dans le domaine

$$0,1 \leq \epsilon_p \leq 3 \%$$

sont représentées sur la figure III.1.6. Le décalage des droites vers le haut, lorsque la durée du vieillissement augmente, traduit l'accroissement de la limite d'élasticité. En revanche le taux de durcissement semble peu modifié par le traitement de vieillissement : son augmentation est faible dans l'acier E (0,08 % N) et à peine perceptible dans l'acier H (0,25 % N).

III.1.2. CARACTERISTIQUES DE TRACTION MONOTONE A 600°C

Il faut noter ici que les résultats de traction monotone obtenus à 20°C et à 600°C ne sont pas directement comparables, surtout en ce qui concerne les allongements à rupture. En effet, la longueur de référence des éprouvettes de traction monotone est de 25 mm à température ambiante et de 10 mm entre collerettes à 600°C, pour un diamètre utile de 10 mm. Les résultats ne sont pas non plus comparables à des essais industriels normalisés, nos rapports longueur/diamètre utiles étant très éloignés des normes AFNOR. Ce choix nous est dicté par la volon-

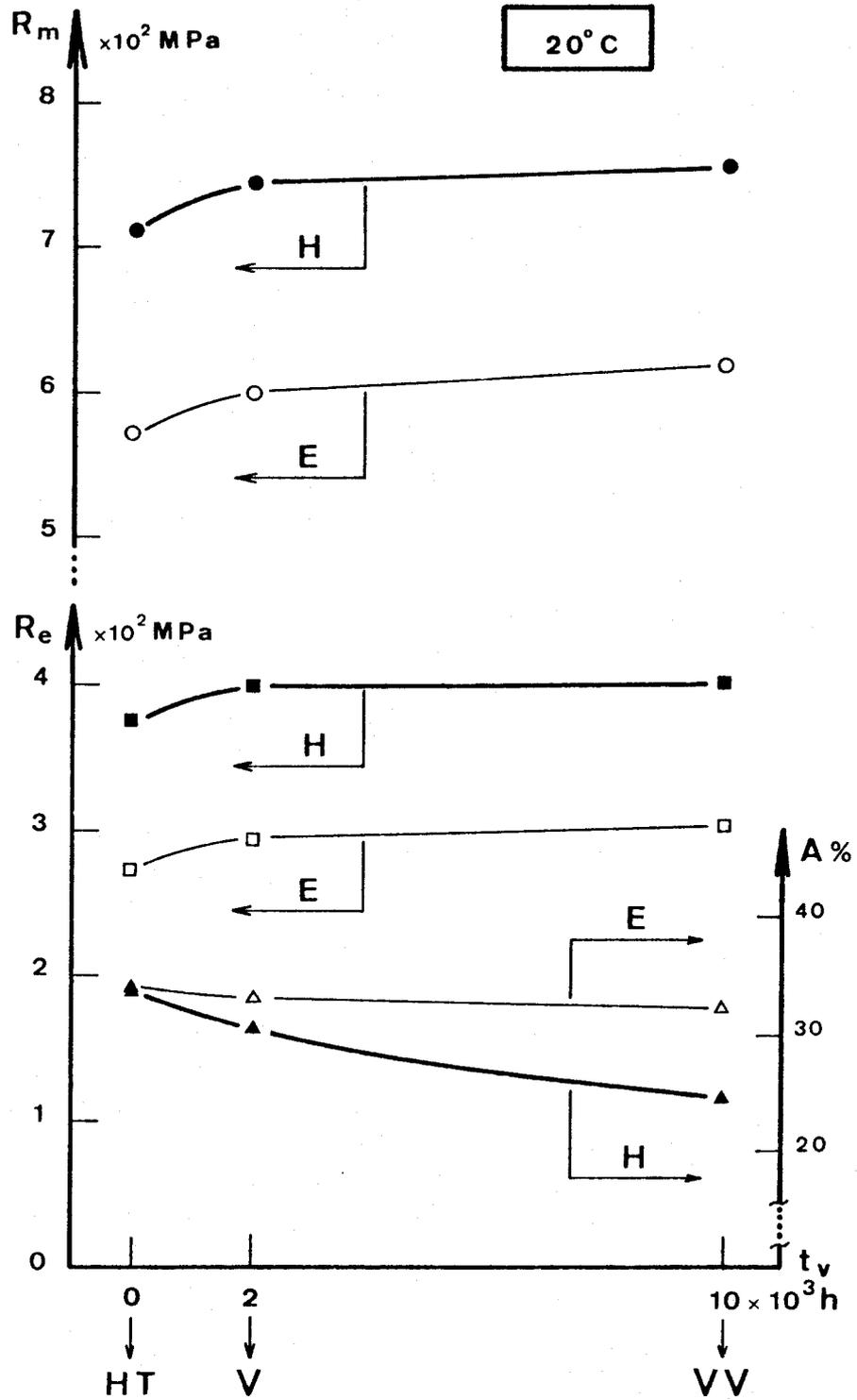


Figure III.1.5

Evolution des caractéristiques de traction monotone à température ambiante, des aciers E et H, en fonction de la durée du vieillissement préalable à 600°C

- en trait fin, acier E
- en trait fort, acier H

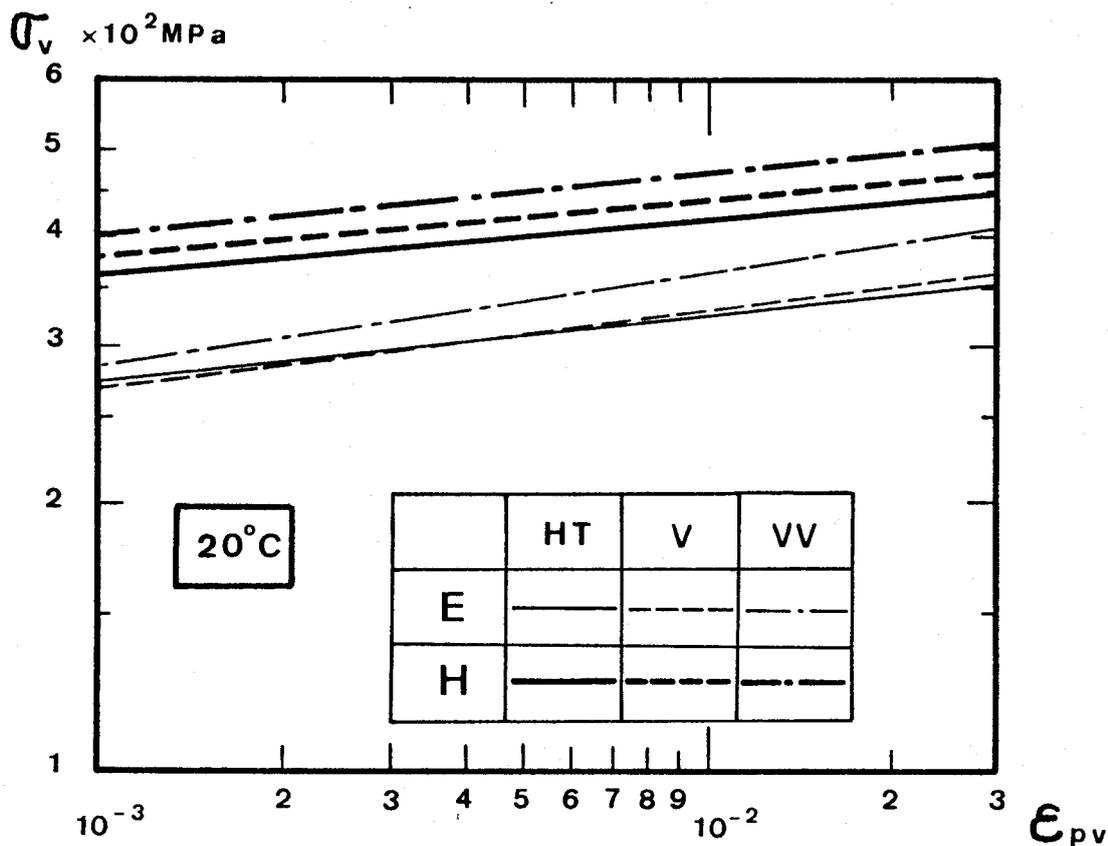


Figure III.1.6
 Droites d'écouissage monotone ($0,1\% \leq \Delta\epsilon_{pv} \leq 3\%$)
 à température ambiante
 des aciers E et H hypereutectés et vieillis.

té d'utiliser les mêmes éprouvettes en fatigue et en traction monotone ; la faible valeur de la base de mesure est imposée par les conditions de résistance au flambage.

III.1.2.1 Influence de la teneur en Azote interstitiel

A 600°C les accroissements de limite d'élasticité et de résistance à la rupture avec la teneur en Azote sont très comparables en valeurs absolues, à ceux obtenus à 20°C, (figure III.1.3). En valeurs relatives, les accroissements à 600°C sont beaucoup plus intenses. A 600°C comme à 20°C, si la limite d'élasticité est fortement accrue par l'augmentation de la teneur en Azote, le taux de durcissement, en revanche, est considérablement réduit (figure III.1.8).

III.1.2.2 Influence d'un vieillissement préalable

L'évolution des caractéristiques mécaniques avec le temps de vieillissement est plus importante à 600°C (figure III.1.7) qu'à 20°C. Si les résistances à la rupture R_m sont quasiment inchangées, les limites d'élasticité augmentent d'autant plus que la teneur en Azote est élevée. Mais ce durcissement qui reste modéré, s'accompagne d'une forte perte de ductilité, particulièrement à forte teneur en Azote.

Les droites d'érouissage monotone définies dans le domaine $0,1 \leq \epsilon_p \leq 3 \%$ (figure III.1.8) sont translatées vers les plus fortes contraintes par augmentation du temps de vieillissement t_v (augmentation du coefficient d'érouissage K avec t_v), mais de même qu'à 20°C, le vieillissement n'influe quasiment pas sur le taux de durcissement (l'exposant d'érouissage n varie peu avec t_v), quelle que soit la teneur en Azote.

Il faut d'autre part noter que les températures et vitesses de déformation utilisées (600°C et $4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$) appartiennent au domaine d'existence du phénomène Portevin - Le Châtelier, domaine d'instabilités de la déformation plastique dans les solutions solides, liées aux interactions dynamiques entre dislocations et atomes de solutés. Cet effet se manifeste tant en traction monotone qu'en fatigue oligocyclique, et sera examiné au paragraphe III.3.

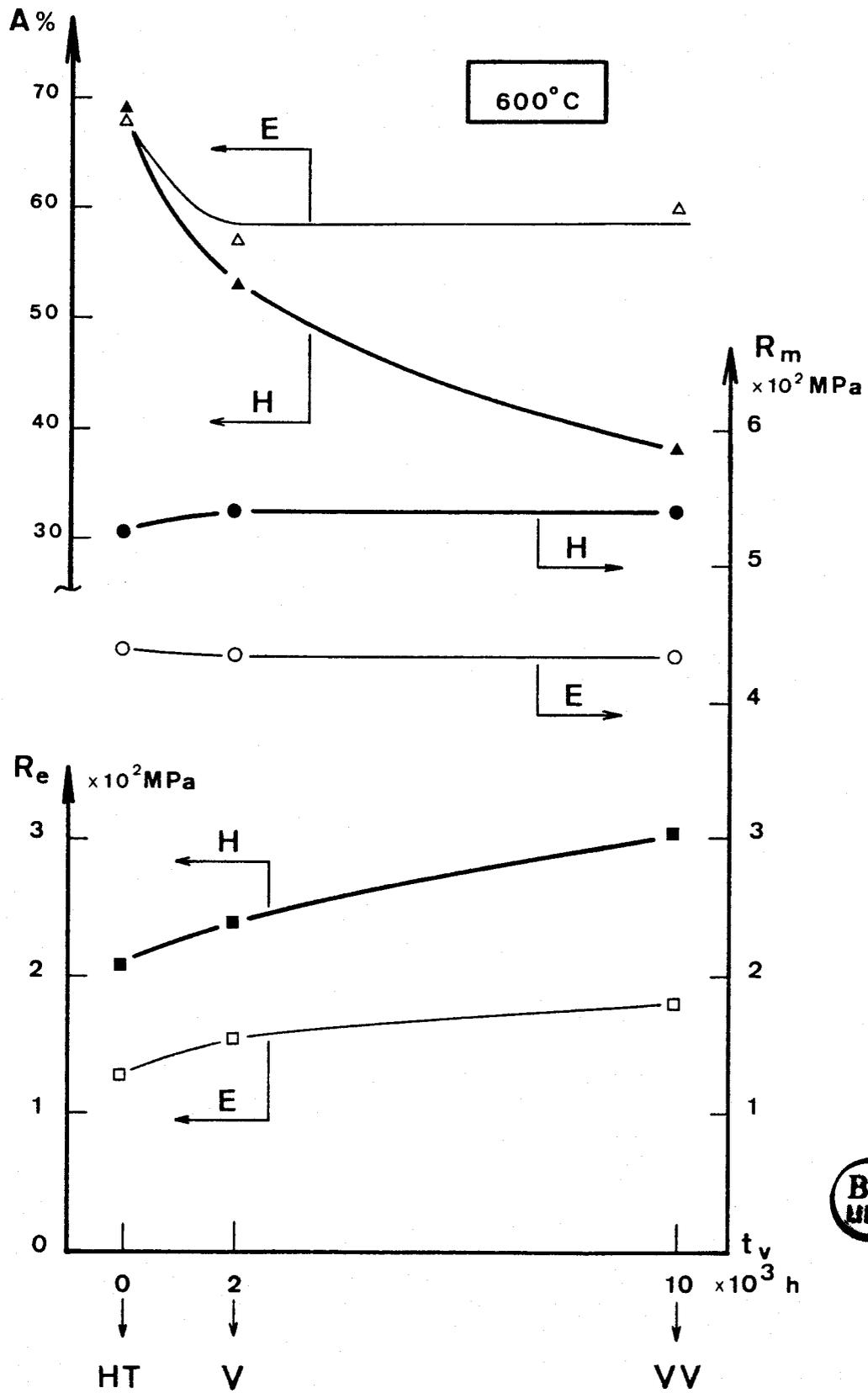
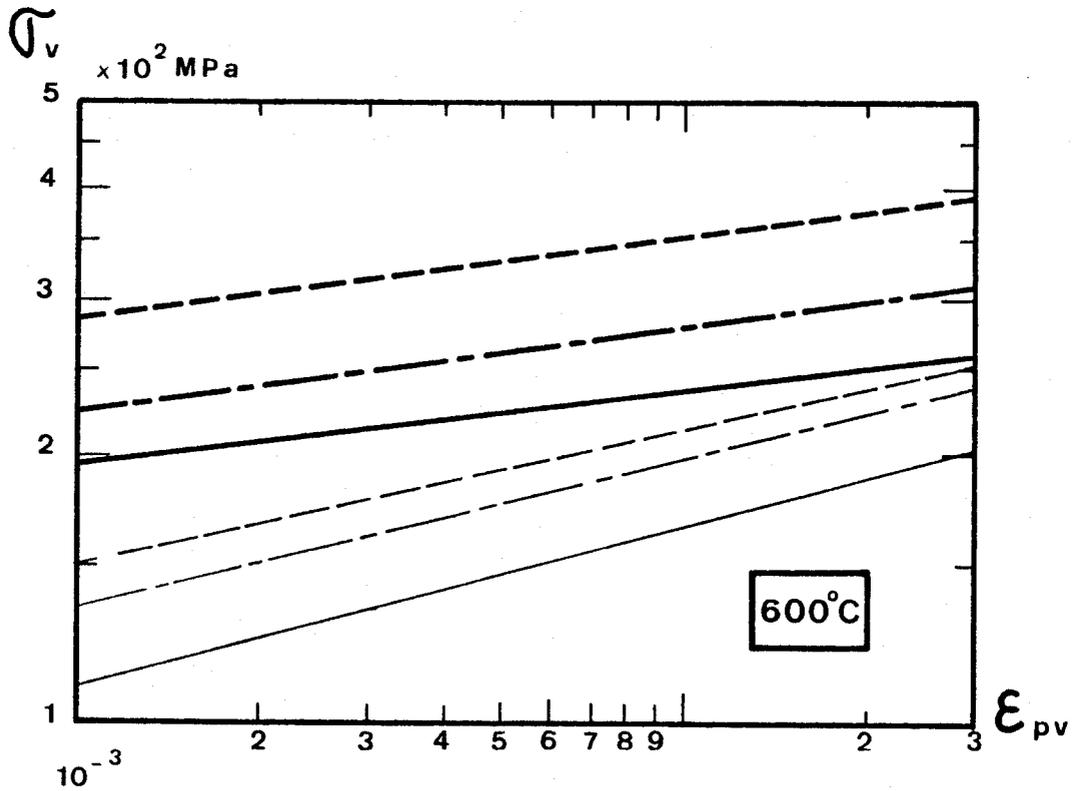


Figure III.1.7

Evolution des caractéristiques de traction monotone à 600°C des aciers E et H, en fonction de la durée du vieillissement préalable.



	HT	V	VV
E	—	- - -	- · -
H	—	- - -	- · -



Figure III.1.8

Droites d'écroutissage monotone ($0,1\% \leq \Delta\epsilon_{pv} \leq 3\%$) à 600°C des aciers E et H hypertrempés et vieillis.

III.1.3. DISCUSSION DES RESULTATS

L'augmentation de la teneur en Azote interstitiel des aciers type 316 L permet d'accroître considérablement leur limite d'élasticité et leur résistance à la rupture. Le gain de résistance à la traction est très important tant à 20°C qu'à 600°C, mais il s'accompagne d'une sévère perte de ductilité à 20°C, et d'une réduction du taux d'écroutissage.

Ces caractéristiques peuvent être attribuées au durcissement par solution solide interstitielle. La présence des solutés réalise une dispersion beaucoup plus homogène de la déformation, donc une meilleure répartition et transmission des contraintes. La variation linéaire de la limite d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques avec la teneur en interstitiels a déjà été mise en évidence dans d'autres alliages : par Irvine [3] dans des aciers Fe - 18 Cr - 10 Ni, par Douglass [4] dans des aciers Fe - 20 Cr - 20 Ni et dans d'autres types de solutions solides CFC telles le Ni-C (Nakada et Keh [5]).

Le modèle de durcissement par solution solide de Friedel [6] permet d'expliquer cette linéarité. Le durcissement est provoqué par interactions directes entre dislocations et solutés, soit par effet d'ancrage, soit par frottement. Au cours du déplacement d'une dislocation, l'aire A qu'elle balaye varie au cours du temps selon le schéma -a- de la figure III. 1.9 [7].

Les interactions dislocations - interstitiels par frottement, correspondant au schéma -b- ($t_{mi} \gg t_{ni}$), expliquent en général le durcissement des solutions solides cubiques centrées. Les atomes de solutés, fixes, freinent le mouvement des dislocations.

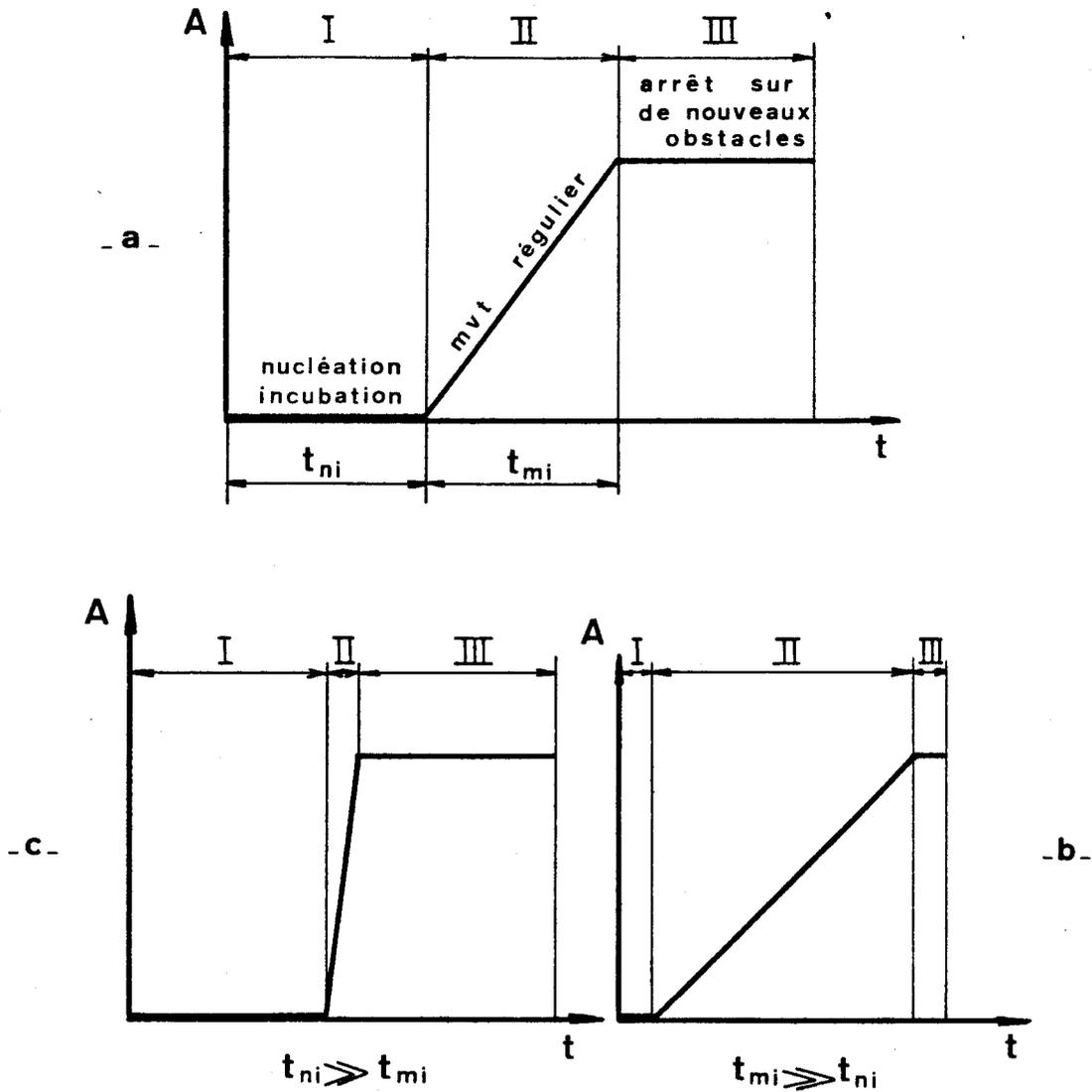


Figure III.1.9

Schémas définissant les trois stades du mouvement d'une dislocation (d'après [7])

- a - Cas général.
- b - Cas du durcissement des solutions solides CC (frottement).
- c - Cas du durcissement des solutions solides CFC (ancrage).

En revanche le phénomène d'ancrage, correspondant au schéma -c- ($t_{ni} \gg t_{mi}$) explique le durcissement des solutions solides cubiques à faces centrées. Les atomes fixes ancrent les dislocations à leur passage. La déformation se poursuit alors par multiplication des dislocations [7]. Divers mécanismes d'ancrage peuvent intervenir : un ancrage chimique, par "effet Suzuki" ; un ancrage élastique, par effet de taille, effet de module ou effet tétragonal ; un ancrage électrostatique ou un ancrage par effet de l'ordre induit sous contrainte. Le modèle de Friedel suppose que la contrainte d'écoulement d'un alliage CFC en solution solide diluée est contrôlée par l'interaction des solutés avec le coeur des dislocations, essentiellement par effet de taille ; c'est un cas d'interactions fortes dislocations-interstitiels.

Transposition du modèle de Friedel au durcissement des austénitiques à l'Azote

Dans une solution solide diluée, les atomes de solutés exercent, sur les dislocations qui sont dans leur voisinage, deux types d'interactions :

- i. Les atomes qui se trouvent au voisinage d'une ligne de dislocation créent un champ de contraintes dont la longueur d'onde, à un coefficient géométrique voisin de 1 près, est égale à la distance moyenne entre interstitiels :

$$\Lambda = bc^{-\frac{1}{3}} \quad (1)$$

et d'amplitude

$$\tau_0 = 2\mu\eta c \quad (2)$$

conformément au modèle de Mott et Nabarro [8], si on ne considère que l'effet de taille (l'effet de module est généralement négligeable).

b est le module du vecteur de Burgers de la dislocation,
 μ le module de cisaillement,

η le facteur de taille qui est défini par $\eta = \frac{|\Delta|}{R}$ si l'atome interstitiel, supposé sphérique de rayon R, est introduit dans une cavité sphérique de rayon $(R - \Delta)$ de la matrice.

La concentration c qui est prise en compte correspond au taux d'occupation des sites interstitiels, c'est-à-dire, dans le réseau CFC, au nombre d'atomes interstitiels pour 100 atomes métalliques.

Sur une ligne de dislocation de longueur infinie, la résultante de ces contraintes est nulle. Sur une ligne de dislocation de longueur finie λ , la contrainte résultante est :

$$\tau_i(\lambda) \approx \frac{1}{4} \tau_0 \frac{\lambda}{\lambda} = \frac{b}{4} \tau_0 \frac{c^{-1/3}}{\lambda}$$

et si l'effet de taille prédomine :

$$\tau_i(\lambda) \approx \frac{\mu \eta b}{2\lambda} c^{2/3} \quad (3)$$

Il s'agit d'un champ de contraintes du type contraintes internes, athermiques, provenant d'interactions délocalisées dislocations-interstitiels.

- ii. Les quelques atomes qui se trouvent sur la ligne de dislocation interagissent beaucoup plus fortement avec elle. La dislocation peut alors prendre localement de très fortes courbures. Le premier effet de cet ancrage est de donner à la dislocation une forme en zig-zags de paramètres x et y (figure III.1.10). La déviation moyenne x par rapport à la ligne droite $X'X$ provient du fait que, en passant par un grand nombre de solutés tels $A - B - C$, la ligne de dislocation perd plus en énergie de liaison qu'elle ne gagne en énergie de ligne.

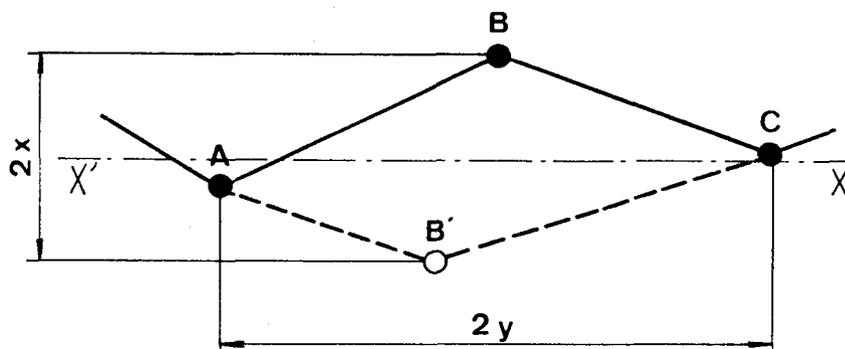


Figure III.1.10
Ligne de dislocation dans une
solution solide diluée.

Dans le plan de glissement de la dislocation, il y a $\frac{c}{b^2}$ atomes de solutés par unité d'aire et la concentration atomique peut être définie par $c = \frac{b^2}{xy}$. (4)

La perte d'énergie de liaison de la longueur $2y$ de dislocation est :

$$E_1 = |W_M| = |W_M| \frac{cxy}{b^2} \quad (5)$$

où $|W_M|$ est l'énergie de liaison d'un atome d'impureté avec la dislocation.

L'augmentation d'énergie de ligne de la dislocation AC de longueur $2y$ lorsqu'elle passe de la configuration rectiligne X'X à la configuration en zig-zag ABC est :

$$E_2 = 2ub^2 [(x^2 + y^2)^{1/2} - y] \quad (6)$$

soit $E_2 \approx ub^2 \frac{x^2}{y}$ puisque $x \ll y$

ou
$$E_2 \approx \mu \frac{c^2 x^4 y}{b^2} \quad (7)$$

compte tenu de l'équation (4).

Si on minimise l'accroissement total d'énergie :

$$E_2 - E_1 = |W_M| \frac{cxy}{b^2} - \mu \frac{c^2 x^4 y}{b^2}$$

par rapport à la déviation moyenne x :

$$\frac{d}{dx} (E_2 - E_1) = 0 \quad \text{pour} \quad x^3 = \frac{|W_M|}{4\mu c}$$

Si l'effet de taille est prépondérant :

$$|W_M| = \frac{1}{2} \mu b^3 |\eta|$$

et la déviation d'équilibre est définie par :

$$x \approx \left(\frac{\eta}{8c}\right)^{1/3} b. \quad (8)$$

Les interactions dislocations-interstitiels incriminées sont très localisées. C'est pourquoi nous pensons que le facteur de taille η doit correspondre à la dilatation locale du réseau autour de l'interstitiel. Aussi, à l'expression moyenne

$$\eta = \frac{1}{a} \frac{da}{dc}$$

proposée par Friedel [6] et adoptée par Nakada et Keh [5], nous préférons l'évaluation du facteur de taille

$$\eta = \frac{|\Delta|}{R}$$

correspondant à la dilatation locale du réseau autour de l'interstitiel.

Dans le cas de nos alliages austénitiques de paramètre de maille $a = 3,6 \text{ \AA}$, les interstitiels d'Azote occupent des sites octaédriques (milieux des côtés du cube) ; leur insertion provoque une dilatation de l'octaèdre que l'on peut évaluer par le modèle

atomique des sphères dures adjacentes. Le rayon atomique du Fe est alors :

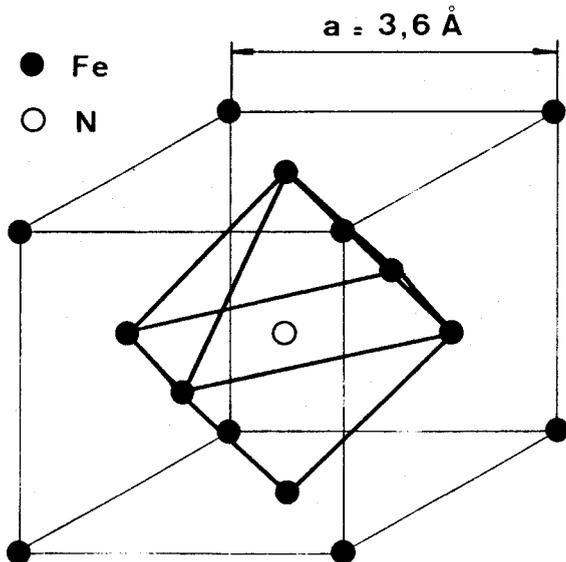


Figure III.1.11
Atome d'insertion en site octaédrique dans une maille CFC.

$$r_{\text{Fe}} = \frac{a\sqrt{2}}{4} \approx 1,27 \text{ \AA}$$

Le rayon atomique couramment admis pour l'Azote est de 0,70 Å. Le facteur de taille η peut être assimilé à la dilatation relative de la diagonale de l'octaèdre provoquée par l'insertion de l'atome d'Azote :

$$\eta = \frac{2 (r_{\text{N}} + r_{\text{Fe}}) - a}{a}$$



soit $\eta \approx 0,10$.

La déviation x est alors de l'ordre de b , c'est-à-dire relativement faible par rapport à une distance y entre atomes interstitiels de l'ordre de $5b$ pour une concentration atomique de 1 % N.

L'amplitude de déviation des dislocations est donc faible. Et compte tenu du caractère curviligne des lignes observées dans nos alliages par MET, elle est très difficile à mesurer. Les prédictions du modèle de Friedel ne sont donc pas en contradiction avec les observations microscopiques.

La contrainte nécessaire pour passer de la configuration ABC à la configuration AB'C à OK :

$$\tau = \tau_i + \tau^* \quad (9)$$

découle de l'énergie nécessaire pour passer de la position stable ABC à la position de maximum d'instabilité X'X ; elle doit de

plus vaincre le fond continu de contrainte interne $\tau_i (y)$. Elle est donc définie par

$$[\tau - \tau_i (y)] 2byx = (E_1 - E_2) \quad (10)$$

Cette équation exprime que le travail de la force efficace $2 \tau^* by$ suivant le déplacement x doit vaincre l'énergie de liaison en B : E_1 diminuée de l'énergie de ligne récupérée : E_2 .

D'où la contrainte τ nécessaire au déplacement à OK :

$$\tau = \tau_i (y) + \frac{|W_M|}{2bxy} \quad (11)$$

si on néglige E_2 par rapport à E_1 .

Si on admet de plus que $\tau_i (y)$ est faible, en prenant $\lambda = 2y$ et les effets de taille prépondérants, soit

$$|W_M| = \frac{1}{2} \mu b^3 |\eta|$$

on obtient
$$\tau \approx \frac{W_M}{2bxy} = \frac{1}{4} \frac{\mu b^2 \eta}{xy}$$

soit
$$\tau \approx \frac{1}{4} \mu \eta c \quad (12)$$

qui définit la limite d'élasticité à OK du monocristal. Cette contrainte naît des interactions à courtes distances dislocations - solutés et décroît donc rapidement avec la température.

La cission critique à toute température est constituée d'une composante athermique τ_i définie par (3) et d'une composante activée thermiquement τ^* définie par (12) ;

soit
$$\tau_i(\lambda) = \frac{\mu}{4} (\eta c)^{4/3}$$

compte tenu des équations (4) et (8)

et
$$\tau^* = \frac{1}{4} \mu \eta c$$

En première approximation, à la température T , la cission critique est définie par :

$$\tau = \tau_i (y) \quad \text{pour } T > T_c$$

$$\text{et } \tau = \tau_i (y) + \frac{|W_M|c}{2b^3} \left[1 - \frac{T}{T_c}\right] \quad \text{pour } T \leq T_c$$

où la température critique T_c est

$$T_c = \frac{|W_M|}{2k \text{Log} \frac{bv\rho x^2 c}{\varepsilon}}$$

avec k la constante de Boltzmann ($k = 13,8 \cdot 10^{-24}$ (J/K)/atome)

v la fréquence de Debye

ρ la densité de dislocations mobiles

b le module du vecteur de Burgers

c la concentration atomique en solutés

et x l'amplitude des déviations des zig-zags par rapport à la ligne droite X'X.

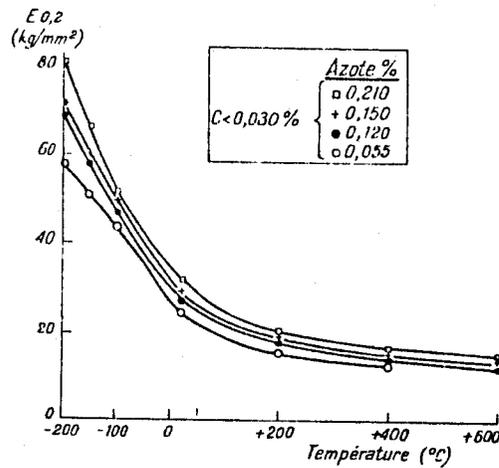
Cette décroissance linéaire de la limite d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques avec la température a effectivement été observée par M.A. Mercier [9] et Reed [10] jusqu'à une température avoisinant l'ambiante (figure III.1.12).

Le modèle de Friedel n'est pas le seul à prévoir la très forte dépendance de la limite d'élasticité avec la température. Le modèle de Fleischer la prévoit également [11]. Ce modèle explique le fort durcissement par solution solide interstitielle par des interactions dislocations - défauts tétragonaux. Ces effets tétragonaux, importants dans les solutions solides interstitielles cubiques centrées, sont minimes dans les alliages CFC, en raison de la symétrie cubique des sites interstitiels, conformément aux conclusions tirées par Nakada et Keh [5] dans l'étude des alliages Ni - C. Par ailleurs, le modèle de Fleischer prévoit une composante de durcissement activée thermiquement proportionnelle à \sqrt{C} ; il n'est donc absolument pas vérifié par le durcissement du 316 L allié à l'Azote.

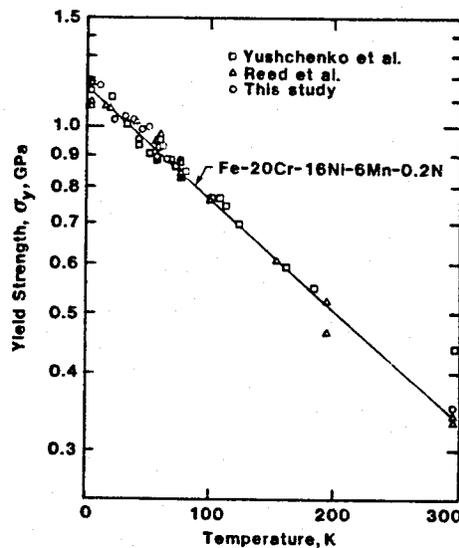
Figure III.1.12

Limites d'élasticité d'aciers inoxydables austénitiques en fonction de la température.

a) Acier 17 Cr - 13 Ni - Mo - d'après Mercier |9|



b) Acier Fe - 20 Cr - 16 Ni - 6 Mn - 0,2 N
d'après Reed |10|.



Qualitativement, l'accord entre le modèle de Friedel et nos résultats semble satisfaisant. Il faut remarquer cependant que les valeurs numériques prévues par le modèle ($\tau^* = 20$ MPa, $\tau_i = 2$ MPa pour 1 % at. N) sont sensiblement différentes des valeurs expérimentales (environ un facteur 5). Cette différence ne nous semble cependant pas rédhibitoire. En effet l'estimation de plusieurs paramètres géométriques et physiques est très approximative.

On rencontre effectivement ici les limitations du modèle de Friedel lorsqu'il s'agit de l'appliquer à notre cas. En effet, la détermination de la température critique T_c est très incertaine ; on peut tout au plus supposer qu'elle avoisine 0°C si on se réfère à la linéarité de la limite d'élasticité des aciers inoxydables austénitiques avec la température, en deçà de l'ambiante [9, 10]. D'autre part les contributions en c (composante activée thermiquement) et en $c^{4/3}$ (composante athermique) à la cission critique sont difficilement discernables ; d'où la linéarité de la limite d'élasticité avec la concentration en Azote interstitiel, observée à 20°C . Enfin le modèle de Friedel ne prend pas en compte l'effet de la taille de grain sur le durcissement des polycristaux, effet d'importance primordiale. Nous rappelons brièvement ici les modèles de durcissement par affinement du grain.

Effet de taille de grain sur le durcissement des polycristaux

La présence de joints de grains dans les polycristaux entraîne un fort effet de durcissement. Ce durcissement est dû à la difficulté de propager l'écoulement plastique d'un grain à l'autre. Il dépend par conséquent fortement du nombre de systèmes de glissements disponibles et de la possibilité de glissement dévié, dans la structure cristalline. Il dépend également de la nature du joint, qui peut plus ou moins agir comme source et puits de dislocations.

D'une façon générale, la plupart des auteurs s'accordent pour représenter la variation de la limite élastique et de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grain d'un polycristal par une loi du type

$$\sigma = \sigma_0 (\epsilon) + k (\epsilon) d^{-n}$$

où $\sigma_0 (\epsilon)$ et $k (\epsilon)$ sont deux fonctions de la déformation ϵ et n est une constante. Hirth [12] retient que la plupart des résultats expérimentaux donnent une constante n comprise entre $1/3$ et 1 . La valeur $\frac{1}{2}$ a été proposée au départ par Hall [13] et Petch [14]. La "loi de Hall - Petch" très couramment admise est :

$$\sigma = \sigma_0 (\epsilon) + k (\epsilon) d^{-\frac{1}{2}}$$

De nombreux modèles ont tenté d'expliquer cette variation en d^{-n} [15]. Ils se répartissent en 4 types :

i. les modèles d'empilements où l'on considère que le joint est un obstacle sur lequel viennent s'empiler des dislocations. Li et Chou [16] envisagent différents types d'empilements. Ils considèrent que la limite élastique du polycristal est atteinte dès que la concentration de contrainte en tête de l'empilement entraîne le dépassement de la contrainte critique σ_c nécessaire pour propager le glissement dans le joint adjacent. Quelque soit le type d'empilement envisagé, on aboutit à une loi du type Petch - Hall

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha \sqrt{A \sigma_c} d^{-\frac{1}{2}}$$

où A est un terme fonction de la rigidité du milieu et de la nature de l'empilement, tandis que α est une constante. Notons cependant que la valeur de la contrainte critique σ_c reste à définir. Pourtant des résultats expérimentaux ont mis en défaut de tels modèles, en particulier en raison du manque d'observation d'empilements dans les métaux purs en particulier ; de plus ces modèles s'appliquent à la limite d'élasticité mais pas à la contrainte d'écoulement.

ii. les "modèles d'écrouissage" en revanche s'appliquent à la contrainte d'écoulement mais pas à la limite d'élasticité. Johnson [17] fut le premier à suggérer que le terme $kd^{-1/2}$ de la relation de Hall - Petch pouvait être dû à l'écrouissage. Ces modèles se fondent sur le fait expérimentalement reconnu que la contrainte $(\sigma - \sigma_0)$ est proportionnelle à la racine carrée

de la densité de dislocations ρ . Si de plus on admet que le libre parcours moyen des dislocations est proportionnel à la taille de grain :

$$\bar{x} = \beta d, \text{ et puisque la déformation } \varepsilon \text{ est définie par } \varepsilon = \rho b \bar{x},$$

$$\text{on obtient : } \sigma = \sigma_0 + \alpha \mu b \sqrt{\varepsilon / b \beta} d^{-\frac{1}{2}}$$

Ce modèle peut rendre compte de l'effet de taille de grain sur la contrainte d'écoulement, pourvu tout d'abord que la loi d'écrouissage soit du type parabolique ; de plus il suppose que σ_0 est indépendant de la déformation. Ces deux conditions sont vérifiées dans le Nb et dans le Mo. Pourtant dans de nombreux autres métaux et alliages, le coefficient k diminue quand ε augmente, et dans ces cas, σ_0 est fonction de la déformation. Dans le même ordre d'idée, Ashby [18] propose de distinguer deux types de populations de dislocations dans un grain : une population dite "statistiquement stockée", nécessaire pour accommoder la déformation du grain dans son ensemble, et une population géométriquement nécessaire pour assurer la compatibilité des déformations entre grains. Ces deux populations, de densités respectives ρ_S et ρ_G , sont supposées admettre des libres parcours moyens λ_S et λ_G très différents. Dollar et al [19] supposent que ces densités s'additionnent et qu'elles sont définies respectivement par :

$$\rho_G = K_1 \frac{\varepsilon}{d} \qquad \rho_S = K_2 \varepsilon^m \quad (\varepsilon > 1)$$

où K_1 , K_2 et m sont des constantes. Ils aboutissent alors à

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1} \qquad \text{avec } \sigma_0(\varepsilon) = \sigma^* + \alpha \mu b K_2^{1/2} \varepsilon^{m/2}$$

$$\text{et } k(\varepsilon) = \frac{K_1}{2K_2^{1/2}} \alpha \mu b \varepsilon^{1 - \frac{m}{2}}$$

σ^* étant la contrainte de frottement du réseau, à déformation nulle.

iii. le troisième type de modèles se base toujours sur les théories de l'écroutissage et le concept de la double population de dislocations. Mais cette fois ces populations occupent des zones différentes du grain : la densité ρ_G occupe une couche voisine du joint, d'épaisseur t , et la densité ρ_S occupe l'intérieur du grain. Le grain est alors considéré comme un matériau composite à deux phases, auquel on peut appliquer la loi des mélanges :

$$\sigma = F_S \sigma_S + F_G \sigma_G \qquad F_S + F_G = 1$$

où F_S et F_G sont les fractions volumiques de chacune des zones et σ_S et σ_G leurs contraintes d'écoulement respectives. L'analyse de Meyers [20] aboutit à la contrainte d'écoulement

$$\sigma = \sigma_S + \frac{4t}{d} (\sigma_G - \sigma_S) - \frac{4t^2}{d^2} (\sigma_G - \sigma_S)$$

soit $\sigma = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} - k' d^{-1}$.

Quand on tend vers le monocristal, σ tend vers σ_S , et quand l'épaisseur $2t$ gagne tout le grain (cas des fortes déformations du polycristal), σ tend vers σ_G .

Il semble qu'une synthèse des modèles d'empilement et des modèles d'écroutissage permette de balayer le spectre des modes de déformation existant dans les alliages métalliques polycristallins [21]. Dans un cristal plastiquement anisotrope, le joint de grain a un fort effet de durcissement, dû à un faible nombre de systèmes de glissement disponibles. Les dislocations y adoptent des configurations d'empilements plans aux joints. Les modèles d'empilements s'appliquent alors. A l'autre extrémité du spectre, les effets de taille de grain sont réduits au minimum dans les solides plastiquement isotropes (solides CFC de haute pureté et à forte EFE, solides CC). Dans les cas intermédiaires d'anisotropie plastique, c'est-à-dire les cas où le nombre de systèmes de glissement indépendants est suffisant, mais le glissement dévié difficile (solides CFC à faible EFE),

l'effet de taille de grain est intermédiaire. Les modèles d'écrouissage rendent correctement compte du durcissement par effet de taille de grain des solides isotropes. Dans la configuration intermédiaire, les modèles d'empilements peuvent s'appliquer à bas niveau de déformation, les modèles d'écrouissage à haut niveau. Le troisième type de modèles permet pour sa part de balayer une large gamme de déformations.

iiii. enfin, une quatrième approche de la loi de Hall - Petch a été tentée. Elle prend en compte le fait expérimentalement reconnu que les joints sont souvent des sources de dislocations [15]. Il est supposé, assez logiquement, que la capacité des joints à émettre des dislocations peut dépendre de la structure et de la composition des joints de grains, mais est indépendante de la taille de grain. Si m est la longueur totale de dislocations émises par unité d'aire du joint de grain, au début de la déformation, la densité de dislocations dans un grain sphérique est alors

$$\rho = \frac{1}{2} \pi d^2 m / \frac{1}{6} \pi d^3 = 3 m/d$$

et la contrainte limite d'élasticité :

$$\sigma = \sigma^* + \alpha \mu b \sqrt{3m} d^{-\frac{1}{2}}$$

L'observation expérimentale de joints qui jouent le rôle de sources de dislocations, plus particulièrement lorsqu'ils présentent des saillies, ainsi que l'effet d'une trempe ou d'un recuit sur la stabilité des saillies aux joints tend à confirmer un tel modèle. Mais son développement nécessiterait de prendre en compte le fait qu'un joint agit à la fois comme source de dislocations et comme puits de dislocations ; de plus la production et absorption des dislocations par le joint est essentiellement fonction de sa structure métallurgique, structure qui varie au cours de l'écoulement plastique [22].

Cette revue des modèles physiques permettant d'expliquer l'effet de la taille de grain sur la contrainte d'écoule-

ment des polycristaux montre à l'évidence la complexité du problème. Tout au plus peut-on admettre dans l'état actuel de nos connaissances, comme Hirth [12] en 1972, que la corrélation

$$\sigma = \sigma_i + k d^{-m}$$

est quasi-universellement vérifiée. Pourtant il faut noter qu'en présence de cellules de dislocations ou de sous-joints, la corrélation s'établit en fonction de la taille des cellules ou des sous-grains, et non plus en fonction de la taille de grain. La contrainte σ_i représente la contrainte d'écoulement du monocristal ; elle est influencée par la structure cristalline, la présence ou non d'obstacles interstitiels ou inclusionnaires, et la structure d'écrouissage. Le terme kd^{-m} reflète l'effet des obstacles bi-dimensionnels à la propagation du glissement (joints de grains ou de macles, parois cellulaires, sous-joints) ; il doit dépendre de la nature du glissement, donc de l'EFE, de la nature et de la structure des joints ; il ne devrait dépendre des éléments en solution solide que par l'intermédiaire de leur effet sur le mode de glissement. L'influence de la température et de la vitesse de déformation sur les paramètres σ_i , k et m n'a pas été clairement élucidée. Il semblerait que l'effet de la température n'apparaisse pas dans le terme kd^{-m} . Ceci n'est peut être pas certain dans la mesure où ce terme dépend, comme nous l'avons vu dans les modèles d'écrouissage, de la nature du glissement, sur laquelle influent la température et la vitesse de déformation.

Dans les aciers que nous étudions, le paramètre taille de grain varie peu (les valeurs extrêmes sont 45 μm pour l'acier A et 135 μm pour l'acier E) et sa variation est indépendante de la teneur en Azote. Nous ne pouvons donc pas en mesurer l'influence.

Norström a tenté l'analyse de l'effet conjoint de la taille de grain et de la teneur en Azote sur la limite d'élasti-

cité à 0,2 % d'aciers type 316 L - 316 LN, en fonction de la température [2]. Il aboutit à une corrélation numérique :

$$\text{Re}_{0,2\%} (T, \%N, d) = 15 + \frac{33\,000}{T} + 65 \frac{1690 - T}{T} (\%N)^{1/2} \\ + [7 + 78 (\%N)] d^{-\frac{1}{2}}$$

où T est exprimé en kelvins et d en mm.

En analysant l'effet de taille de grain sur la contrainte d'écoulement d'un acier Z2CND17 - 12 allié à 0,11 % N (316 L), à l'aide du modèle d'écrouissage à 2 phases de Thompson [23], Norström [24] obtient la relation :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0 + \alpha Gb \left[\left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_s}\right) \left(\frac{A}{d} + B\right) \varepsilon + \rho_0 \right]^{1/2}$$

où ρ_0 représente la densité de dislocations initiale, ρ_s la densité de dislocations à saturation, et où α , A et B sont des constantes. Si cette seconde expression a une signification physique, la première est plutôt un ajustement numérique. Elle met en évidence un terme dépendant de la température, où le durcissement par solution solide s'exprime en $c^{1/2}$, et un terme non activé thermiquement, dont la linéarité en c n'est pas expliquée. L'effet combiné de l'Azote et de la taille de grain, exprimé par ce dernier terme, peut peut-être être attribué à la présence de macles dans les grains d'austénite, favorisée par l'abaissement de l'EFE dû à l'Azote. Les joints de macles jouent alors un rôle analogue à celui des joints de grains.

Néanmoins, l'interprétation physique plus complète, de l'effet combiné de l'Azote et de la taille de grain nécessite des investigations plus poussées, accompagnées d'observations par microscopie électronique en transmission, et d'une analyse des effets de la température et de la vitesse de déformation.

Par effet d'ancrage, la présence de solutés augmente les contraintes à courte distance agissant sur les dislocations, et diminue celles à longue portée. Ceci se traduit par une décroissance du taux d'écrouissage, lorsque la teneur en Azote

augmente. Pourtant dans d'autres alliages, la présence de solutés provoque un accroissement du taux de durcissement, qui peut résulter d'une précipitation durant la déformation, d'une augmentation de la vitesse de multiplication des dislocations et des obstacles qui en résultent, d'une décroissance de la vitesse de restauration, ou enfin d'une efficacité accrue des dislocations comme éléments durcisseurs, grâce à la présence de solutés [25].

L'effet de décroissance du taux d'écrouissage, dû à la présence d'Azote, peut également s'expliquer par l'effet de l'Azote sur l'énergie de faute d'empilement du 316 L.

Comme l'indiquent des observations réalisées par ailleurs, la présence d'Azote dans les aciers inoxydables austénitiques favorise le mouvement plan des dislocations [26, 27, 28, 29] ; nous le montrerons nous-mêmes au paragraphe III.2.1.3. Certains auteurs [26, 4, 30] associent ce caractère plan des modes de déformation à des mises en ordre locales des solutés, favorisées par la présence d'Azote, tandis que l'énergie de faute d'empilement ne serait pas modifiée. Il faut néanmoins souligner que ces auteurs parlent d'alliages Fe - Ni - Cr - C chargés de teneurs en Azote inférieures ou égales à 0,05 % pds. Mais personne n'a pu mettre en évidence l'existence de préprécipités dans l'austénite Fe - Ni - Cr additionnée d'Azote, malgré la forte affinité de l'Azote pour le Chrome. En revanche nos travaux [29] montrent que la présence d'Azote à forte teneur abaisse l'énergie de faute d'empilement des aciers inoxydables austénitiques, résultats confirmés par ailleurs (cf § I.2.1 et [31, 32]).

Il est généralement admis qu'une augmentation de l'EFE, en favorisant le glissement dévié, conduit à un moindre taux de durcissement [33] ; et lorsque la température augmente, le nombre de systèmes de glissement activés augmente, et leurs interactions provoquent un accroissement du taux de durcissement. Ces comportements sont pourtant contraires à ceux que nous observons ; nous proposons une autre explication à nos résultats.

Les aciers type 316 L, qui ont une faible EFE ($\approx 30 \text{ mJ/m}^2$ d'après [31]) voient celle-ci encore abaissée par addition d'Azote. Le mouvement des dislocations devient alors essentiellement plan ; la déformation est confinée dans des bandes de glissement

qui se télescopent avec les dislocations des systèmes secondaires |33|. Dans les plans de glissement effectifs, les obstacles sont quasiment effacés, la déformation est alors rendue plus facile et la multiplication des dislocations moins nécessaire à la déformation. Le glissement dévié est quasiment inexistant. Ainsi la densité des obstacles à courte distance, au mouvement des dislocations, varie peu. Ceci peut expliquer que le taux de durcissement diminue quand la teneur en Azote augmente, c'est-à-dire lorsque l'EFE diminue.

Un vieillissement préalable provoque un durcissement par précipitation, surtout efficace à 600°C. A cette température, le durcissement accroît essentiellement la limite d'élasticité, et cela d'autant plus que la teneur en Azote est élevée. Mais ce gain modéré ne compense pas la forte perte de ductilité qui l'accompagne.

En revanche le vieillissement ne modifie que très peu le taux d'érouissage (exposant n de la loi d'érouissage), tant à 20°C qu'à 600°C.

Un durcissement par précipitation matricielle de nitrures, carbures ou carbonitrures, ou une mise en ordre locale peuvent expliquer ces caractéristiques. La présence de précipités ou d'ordre à courte distance accroît le nombre d'obstacles de courte portée, au mouvement des dislocations. Elle ne modifie pas les contraintes internes (dues aux obstacles à longue portée), ce qui se traduit par la constance du taux d'érouissage.

Nous nous proposons d'évaluer théoriquement le durcissement par précipitation que l'on peut prévoir dans les aciers E et H vieillis, compte tenu de la taille et de la répartition des précipités observées au MET (cf § II.1.4). Les particules interagissent avec les dislocations mobiles, entraînant une action durcissante. On distingue des interactions durcissantes directes, qui influent sur la limite d'élasticité de l'alliage, et des interactions durcissantes indirectes, qui influent sur le durcissement d'érouissage |34|. Nous discuterons ici des interactions directes précipités - dislocations. Les précipités entravent le déplacement des dislocations, nécessaire à la déformation plas-

tique qui ne devient significative qu'à partir de l'instant où les dislocations franchissent les obstacles. Du fait de leur dimension et de la valeur de leur paramètre d'écart à la cohérence, les carbonitrides du type $M_{23}(C,N)_6$ observées sont incohérents [35]. Il en résulte que les précipités sont contournés par les dislocations (cas d'obstacles non pénétrables). A température ambiante, les métaux CFC se déforment essentiellement par glissement simple dans des plans $\{111\}$ suivant des directions $\langle 110 \rangle$; le mécanisme de franchissement probable est le contournement par glissement simple, appelé "Mécanisme d'Orowan" [36].

A proximité d'une inclusion, la dislocation est repoussée par la force - image, et sous l'action d'une contrainte appliquée résolue τ , elle prend dans son plan de glissement la position d'équilibre indiquée figure III.1.13.a, à savoir celle d'un arc de cercle raccordé tangentiellement au contour des particules sphériques A et B. L'énergie nécessaire pour faire passer la dislocation de la position rectiligne AB à une position incurvée définie par l'angle θ est, compte tenu de l'énergie de ligne et du travail de la contrainte appliquée :

$$\begin{aligned} W &= E\Delta L - \tau b\Delta A \\ &= ED \left[\frac{\pi-2\theta}{2\cos\theta} - 1 \right] - \tau b \left[\frac{D^2}{8\cos^2\theta} (\pi-2\theta-\sin 2\theta) - DR_S \left(\frac{\pi-2\theta}{\cos 2\theta} - 1 \right) \right] \end{aligned}$$

où ΔL est la variation de longueur de la ligne entre les deux positions

ΔA l'aire balayée correspondante

E la tension de ligne de la dislocation

D la distance moyenne intercentres entre les inclusions, dans le plan de glissement

R_S le rayon planaire moyen des inclusions dans le plan de glissement.

Les positions d'équilibre θ_0 répondent à $dW/d\theta = 0$:

$$\theta_0 = \cos^{-1} \left[\frac{\tau b D}{2(E + \tau b R_S)} \right]$$

Les deux positions d'équilibre, de départ $\theta = \theta_0$ (I) et instable d'échappement $\theta = -\theta_0$ (II), se confondent (III) pour la contrainte critique

$$\tau_c = \frac{2 E}{b(D - 2R_S)}$$

appelée "Contrainte critique d'Orowan" (cf figure III.1.13). Quand cette contrainte critique est atteinte, la dislocation franchit athermiquement les particules, de manière analogue au fonctionnement d'une source de Frank - Read, avec A et B comme points d'ancrage.

En tenant compte du caractère coin, vis ou mixte de chaque portion élémentaire de l'arc de dislocation, on peut définir la forme exacte de la dislocation, sous l'action de la contrainte appliquée (figure III.1.13.b). Ashby [37] définit alors la contrainte critique d'Orowan pour une dislocation coin :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{2\pi L} \text{Log} \frac{L}{b}$$

où $L = D - 2R_S$.

Le passage au polycristal utilise le coefficient du modèle de Taylor $M \approx 3$, mieux adapté à la fatigue plastique du 316 L que celui de Sachs (cf § I.3.1.1.c. [38]) :

$$\Delta\sigma_c = 3 \frac{\mu b}{2\pi L} \text{Log} \frac{L}{b}$$

Pour évaluer cette part $\Delta\sigma_c$ de durcissement par précipitation intragranulaire, dans la limite d'élasticité de l'acier E vieilli, nous ne tenons compte que des précipités $M_{23} (C, N)_6$, qui sont les seuls à avoir un effet significatif, du fait de leur répartition. Dans l'acier H vieilli, ce sont également les précipités $M_{23} (C, N)_6$ qui sont cause d'un durcissement de précipitation ; mais leur répartition n'est pas du tout homogène, comme nous l'avons vu précédemment (§ II.1.4)

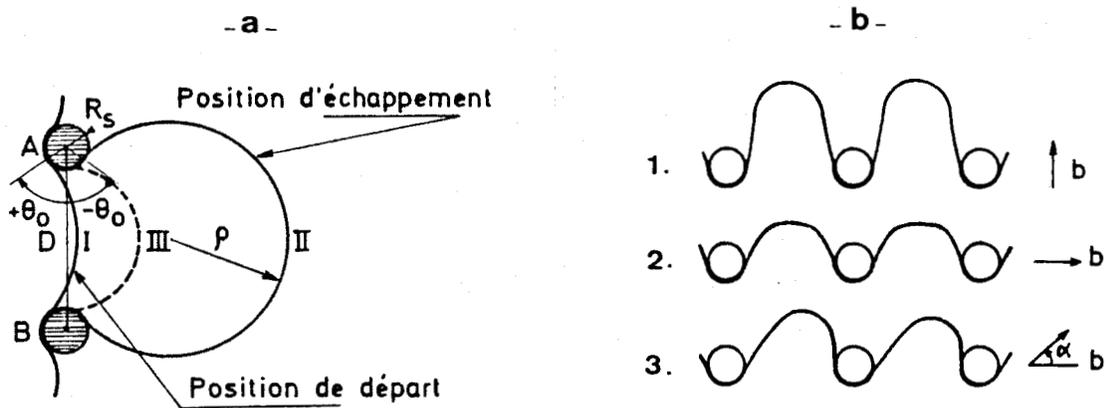


Figure III.1.13 (d'après [34])

Modèle de durcissement de précipitation, d'Orowan

a - Dislocation bloquée dans son plan de glissement par des précipités

b - Positions critiques :
 1. dislocation coin
 2. dislocation vis
 3. dislocation $\alpha = 45^\circ$

		$2R_s$ (nm)	D (nm)	$\Delta\sigma_c$
E	V	60	400	205
	VV	80	350	245
H	V	45	800	100
	VV	70	250	350



Tableau III.1.3

Distances intercentres entre précipités intragranulaires,
 rayons moyens des précipités,
 et contraintes de durcissement par précipitation.

On peut alors prévoir l'absence de ce type de durcissement, dans les zones exemptes de précipités, donc molles, et quantifier le durcissement des zones dures fortement chargées en précipités. Le durcissement moyen sera bien sûr inférieur à ce durcissement maximum.

Le tableau III.1.3 définit les espacements intercentres D entre précipités, les rayons moyens R_G de ces précipités, et le durcissement par précipitation qui en découle, en admettant le mécanisme d'Orowan d'interactions dislocations - précipités. Il faut être conscient que les durcissements de précipitation $\Delta\sigma_c$ ainsi calculés ne peuvent être comparés aux accroissements de limite élastique dus aux traitements de vieillissement. En effet, au durcissement par précipitation matricielle est associée une perte de durcissement de solution solide par précipitation des interstitiels de Carbone et d'Azote.

L'accroissement du taux d'érouissage des aciers E et H avec la température s'explique par les fortes interactions entre dislocations mobiles et atomes de solutés qui se manifestent en particulier par l'important effet Portevin - Le Châtelier apparaissant dans tous les états structuraux en traction monotone à 600°C.

L'analyse des faciès de rupture en traction monotone a été effectuée par microscopie électronique à balayage. La planche III.1.1 présente les photos obtenues sur les aciers E et H.

Les aciers hypertrempés présentent tous, à température ambiante comme à 600°C, un faciès caractéristique d'une rupture transgranulaire ductile à cupules. En revanche, le traitement de vieillissement infligé aux aciers E et H entraîne une précipitation aux joints, cause d'une fragilisation intergranulaire. Les pourcentages de rupture intergranulaire estimés sur les faciès sont définis sur la figure III.1.14 en fonction du temps de vieillissement. La fragilisation intergranulaire augmente, comme on pouvait le prévoir, lorsque la durée du vieillissement et la teneur en Azote croissent ; cette fragilisation est plus sensible à température ambiante, où la ductilité de la matrice est moindre.

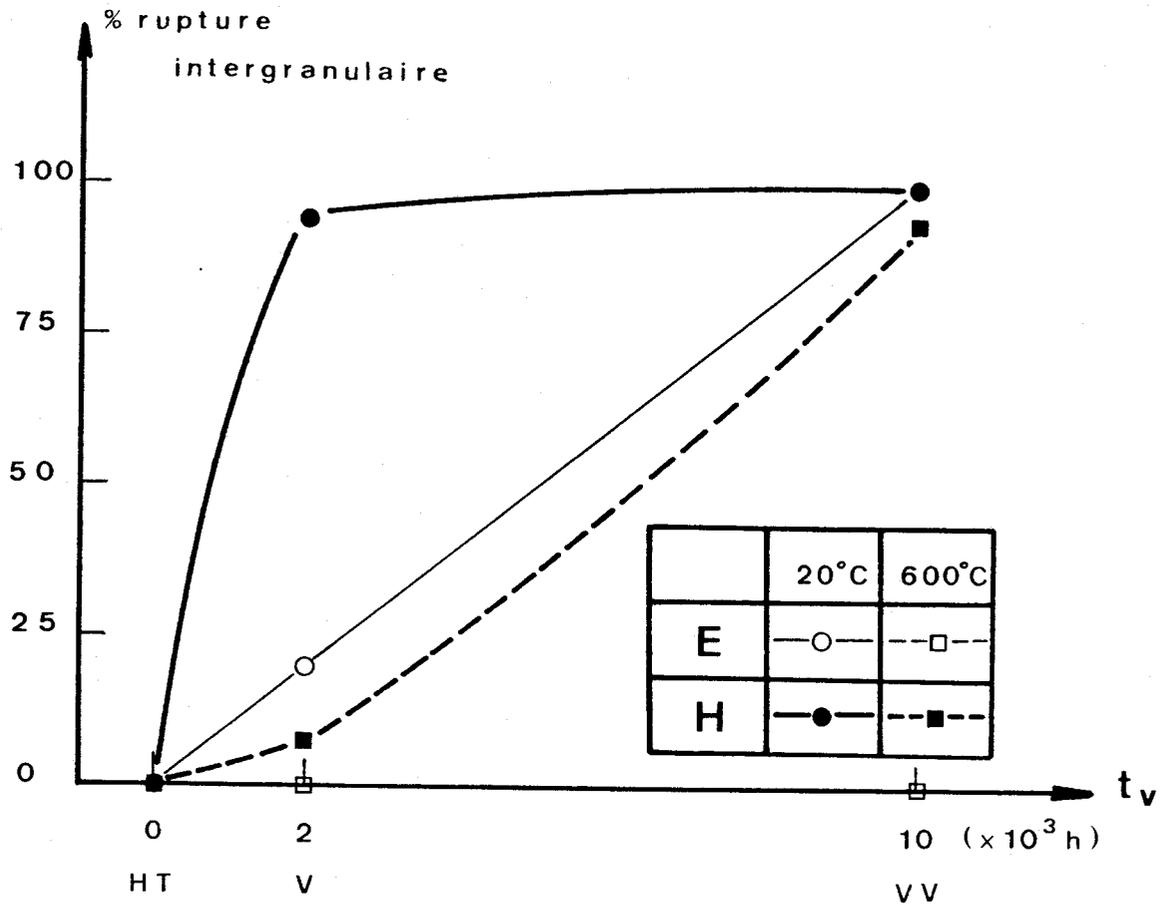


Figure III.1.14

Pourcentages de rupture intergranulaire estimés sur le faciès de rupture en traction des aciers E et H.





acier E-V

50µm



acier H-V

100µm



acier E-VV

50µm



acier H-VV

50µm

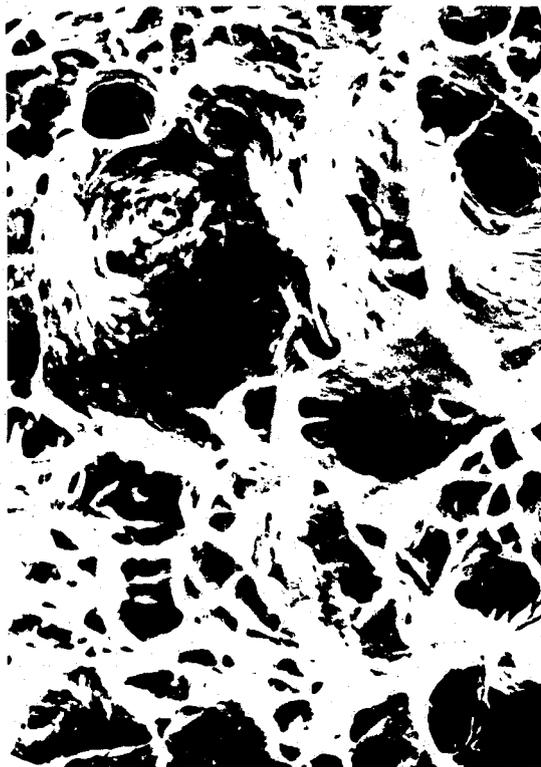


Planche III-1-1 - a. 20°C

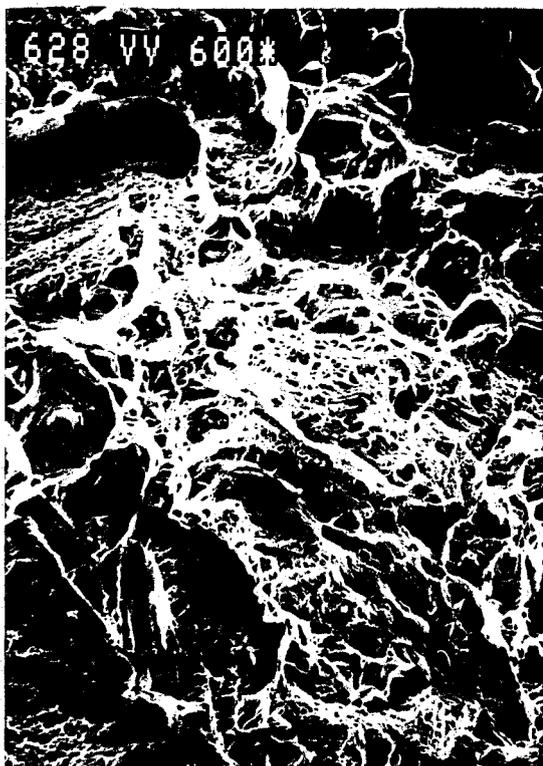
Faciès de rupture en traction monotone



acier E-HT 10µm



acier H-HT 10µm



acier E-VV 20µm



acier H-VV 50µm



Planche III-1-1-b.

Faciès de rupture en traction monotone. 600°C

III.2. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique sont analysés ici, successivement à 20°C et à 600°C.

A 20°C, nous discuterons de l'effet du Carbone et surtout de l'Azote, interstitiel ou précipité. Les différences de comportement rencontrées à faible et à forte teneur en Azote du point de vue résistance à la fatigue et du point de vue comportement de durcissement/adoucissement seront discutées à la lumière d'une analyse des contraintes et des énergies dissipées, et à la lumière des microstructures de déformation observées au MET et des faciès de rupture observés au MEB. Nous discuterons également les résultats de vitesses de fissuration déduites des mesures d'interstries sur les faciès de fatigue.

A 600°C, l'analyse des microstructures de déformation et des faciès de rupture nous permet d'expliquer les effets de l'Azote et du vieillissement sur la résistance à la fatigue des aciers vieillis.

III.2.1. COMPORTEMENTS EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A TEMPERATURE AMBIANTE.

Nous pouvons noter dès à présent que le choix du cycle de référence à température ambiante (20 % N_R pour nous, 50 % pour d'autres auteurs), n'influe quasiment pas sur l'analyse de nos résultats. Nous discuterons successivement de l'influence du Carbone interstitiel, de l'Azote interstitiel et de l'effet d'un vieillissement préalable sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique des aciers étudiés.

III.2.1.1. Effet du Carbone interstitiel

Ecrouissage cyclique et évolution des contraintes au cours d'un essai.

Nous avons représenté les courbes d'écrouissage monotone jusqu'à $\varepsilon_t = 2$ % et les courbes d'écrouissage cyclique $\sigma_a - \varepsilon_{ta}$ à température ambiante, pour les aciers A, B et C sur la figure III.2.1.

Les courbes d'écrouissage cyclique mettent en évidence un durcissement cyclique par rapport à l'écrouissage monotone (correspondant au premier quart de cycle d'un essai de fatigue), dans le domaine de déformation étudié. L'écrouissage cyclique ($\sigma_a = f(\varepsilon_{ta})$ caractéristique du cycle stabilisé) est quasiment le même pour les aciers A et C ; l'acier B présente un écrouissage cyclique légèrement supérieur à fort niveau de déformation ($\varepsilon_{ta} > 0,65$ %). Ces courbes sont la conséquence de l'évolution des amplitudes de contrainte au cours du cyclage.

Pour les aciers A, B et C, l'évolution des contraintes au cours du cyclage est caractéristique du comportement des solutions solides recuites décrit par Pineau [39] et Lukas et Klesnil [40] (cf § I.3.1.1.).

Sur les courbes d'évolution des contraintes de tous les aciers étudiés, on constate l'existence d'une période de quasi-stabilisation des contraintes qui couvre la majeure partie de la durée de vie de quelques % (toujours < 20 %) à 80-90 % N_R . La pente de la courbe y est faible et varie peu.

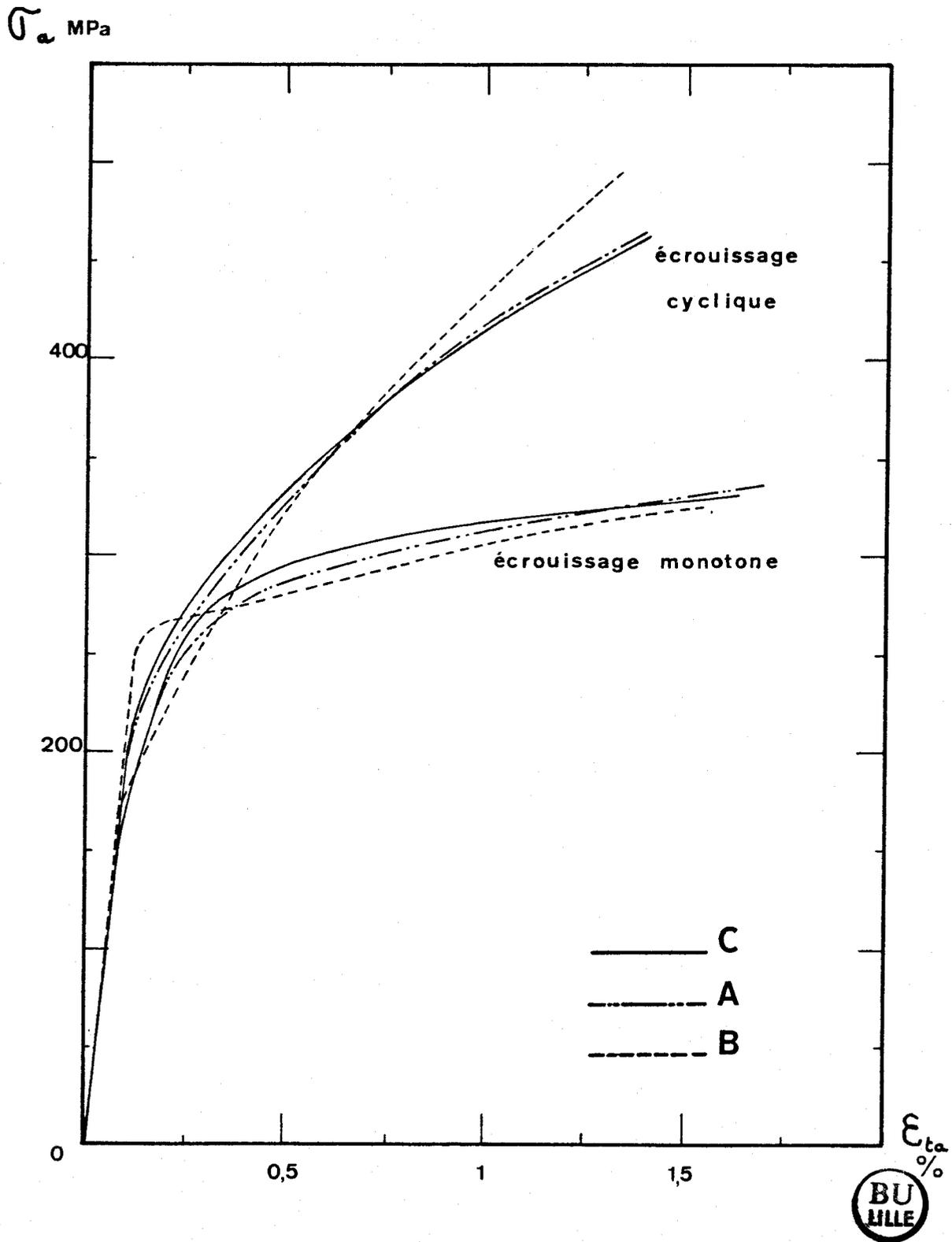


Figure III.2.1

Courbes d'écrouissage monotone et cyclique des aciers A, B et C à température ambiante

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 cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 3 \%$, la fin de la période d'accommodation est appréciée à $20 \% N_R$, et cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$, elle est appréciée à $8 \% N_R$ (cf figure III.2.5).

Dans les aciers A, B et C la période d'accommodation présente un durcissement cyclique d'intensité et de durée légèrement croissantes avec la teneur en Carbone et avec le niveau de déformation imposé (figures II.4.4. Aa, Ba et Ca).

Résistance à la fatigue oligocyclique

Les courbes de Manson - Coffin des aciers A, B, C (figure III.2.2) sont quasiment identiques, compte tenu de la dispersion expérimentale inhérente aux phénomènes de fatigue. En revanche les courbes d'endurance $\sigma_a - N_R$ (figure III.2.3) traduisent une meilleure résistance de l'acier B à bas niveau de contrainte ($\sigma_a < 370$ MPa) et des aciers A et C à fort niveau de contrainte ($\sigma_a > 370$ MPa). Néanmoins raisonner en contraintes sur nos essais pilotés en déformation n'a pas grand sens : les aciers type 316 présentent un fort "Effet Mémoire", et nous avons vu précédemment que les essais de fatigue plastique à contrainte imposée ne sont alors pas équivalentes à des essais à déformation imposée (cf § I.3.1.1).

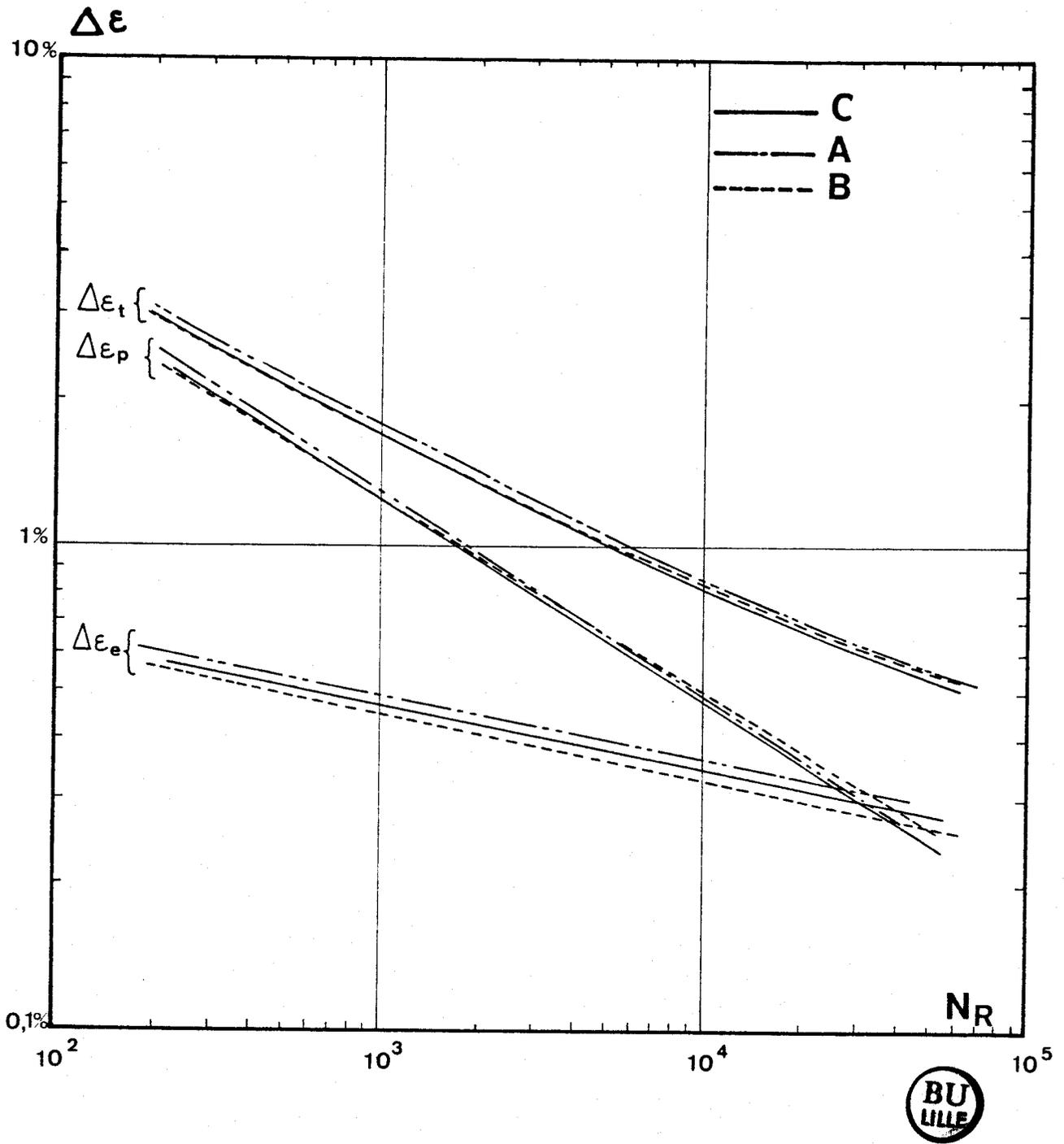


Figure III.2.2
Courbes de Manson - Coffin des
aciers A, B et C à température ambiante

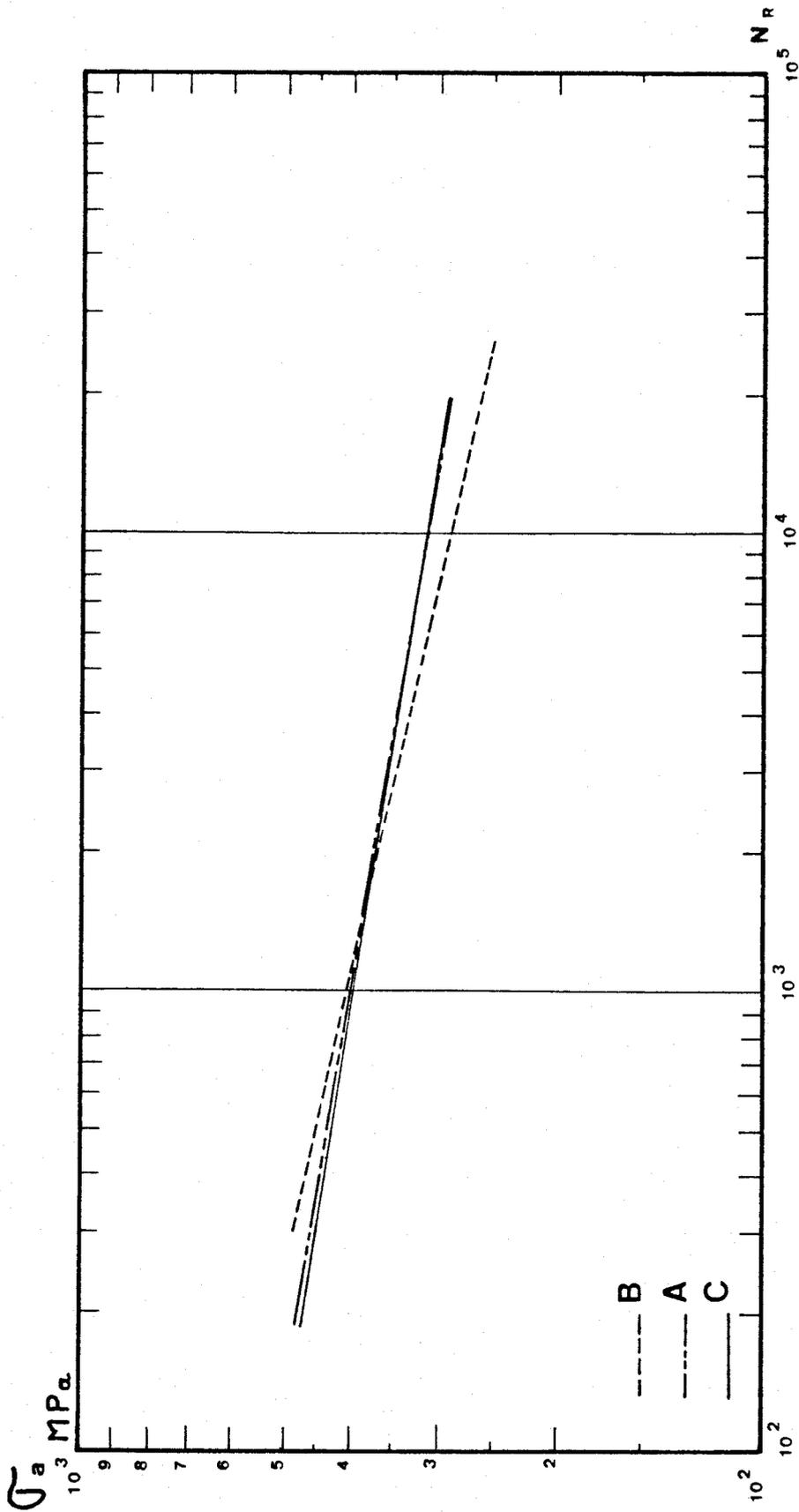


Figure III.2.3
Courbes d'endurance des aciers
A, B et C à température ambiante

En conclusion, les aciers type 316 (Z6CND17-12) et 316 L (Z2CND17-12) de teneur négligeable en Azote présentent le même comportement en fatigue oligocyclique à température ambiante. Le choix de l'un d'eux ne peut donc pas résulter d'un critère de résistance à la fatigue oligocyclique à température ambiante, mais d'autres critères d'utilisation tels que :

- une bonne résistance à la corrosion intergranulaire
- une bonne résistance à haute température
- une bonne stabilité structurale.

Signalons que nos résultats expérimentaux concernant la fatigue oligocyclique des aciers Z2CND17-12 concordent très bien avec ceux d'autres équipes [41, 42, 43, 44, 45] (cf [46]). Cette étude préliminaire nous a permis de vérifier la validité du montage expérimental à l'ambiante et de la procédure d'essai utilisée.

III.2.1.2. Effet de l'Azote

III.2.1.2.a. Effet de l'Azote interstitiel

Le rôle de l'Azote interstitiel sur le comportement en plasticité cyclique des aciers type 316 L - 316 LN, que nous allons décrire ici, a déjà fait l'objet de notre part de plusieurs publications (|29|, |47|, |48|).

Écrouissage cyclique et évolution des contraintes

La figure III.2.4 présente les courbes d'écrouissage monotone jusqu'à $\epsilon_t = 2\%$ et les courbes d'écrouissage cyclique $\sigma_a - \epsilon_{ta}$ à température ambiante, des aciers A, D, F, G, H diversement chargés en Azote (cf tableau II.1.2).

Les courbes d'écrouissage cyclique montrent toutes un adoucissement cyclique à basse déformation et un durcissement cyclique à forte déformation, par rapport à l'écrouissage monotone. L'écrouissage cyclique est quasiment le même pour tous les aciers ; en conséquence l'amplitude de déformation correspondant à la transition adoucissement - durcissement cyclique augmente avec la limite d'élasticité, donc avec la teneur en interstitiels. Ceci résulte des comportements d'accommodation différents que présentent les aciers faiblement chargés, comparés aux aciers fortement chargés en Azote.

On distingue en effet deux types d'évolution des contraintes au cours du cyclage : l'un aux faibles teneurs ($X < 0,10\%$ pds N) et l'autre aux fortes teneurs ($X > 0,10\%$ pds N) en Azote. Les périodes d'accommodation, de stabilisation et de propagation seront discutées au vu des figures III.2.5. Néanmoins ces analyses classiques présentent l'inconvénient de masquer l'évolution des contraintes au cours des tout premiers cycles. Pour les 20 premiers cycles, nous proposons une représentation de cette évolution en diagramme bilinéaire (figure III.2.6).

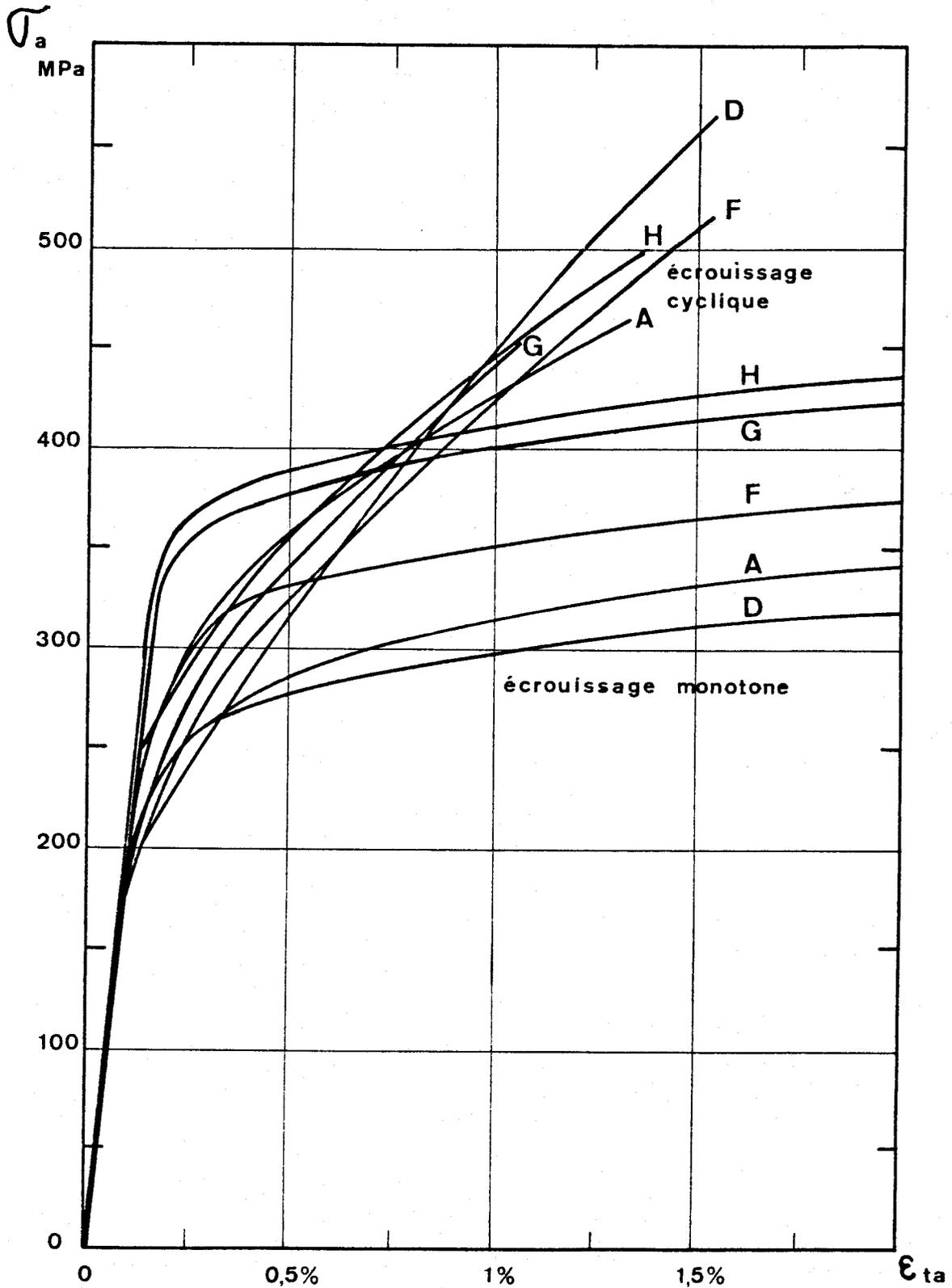


Figure III.2.4
Courbes d'écrouissage monotone et cyclique
des aciers A, D, F, G et H à température ambiante

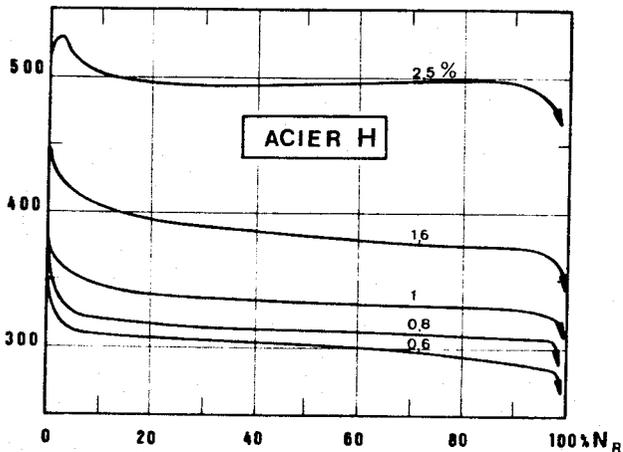
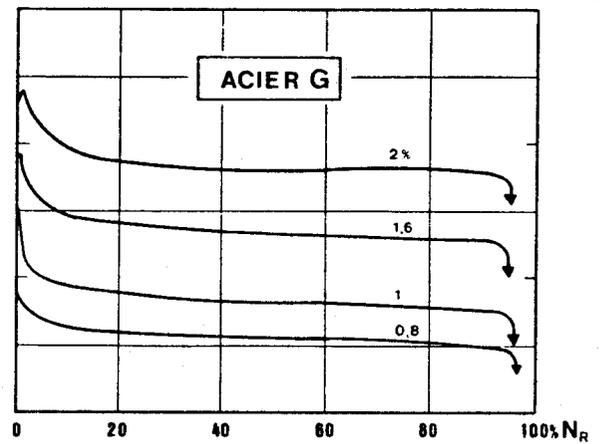
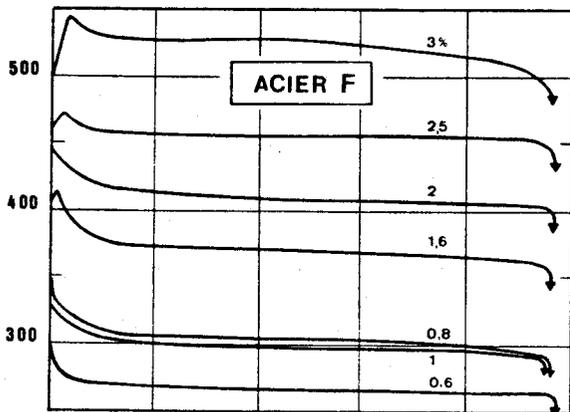
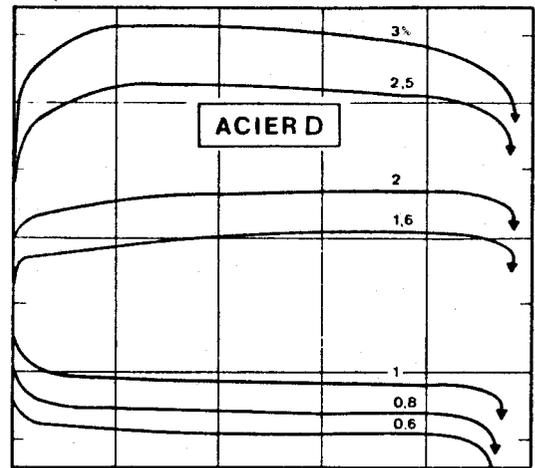
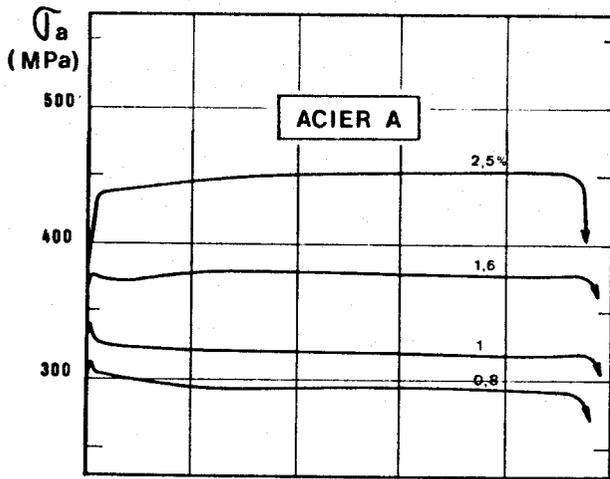


Figure III.2.5
Evolution des contraintes au cours du cyclage à température ambiante, dans les aciers A, D, F, G, H.

Pour les aciers faiblement chargés en Azote (Aciers A, D, E), comme pour les aciers A, B et C précédemment discutés, la durée de la période d'accommodation croît avec la teneur en interstitiels et avec le niveau de déformation imposé (de 2 à 3 % pour l'acier A et de 10 et 20 % pour l'acier D, pour les niveaux de déformation $\Delta\varepsilon_t$ de 0,8 et 2,5 %). Ce stade se caractérise par un durcissement au cours des tout premiers cycles (figure III.2.6), d'autant plus intense que $\Delta\varepsilon_t$ est élevé. A forte déformation, ce durcissement se poursuit jusqu'à la quasi-stabilisation, et, aux faibles déformations, il est prolongé par un adoucissement d'autant plus intense que le niveau de déformation est faible. La période de "quasi-stabilisation" de la contrainte est caractérisée à faible $\Delta\varepsilon_t$ par un très léger adoucissement, à $\Delta\varepsilon_t$ moyen par une stabilisation réelle, et à fort $\Delta\varepsilon_t$ par un très léger durcissement pour l'acier A, 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 dure environ 15 % de N_R . Elle se caractérise par deux phases successives : un durcissement durant les tout premiers cycles (≈ 20 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 2,5$ %), suivi d'un adoucissement. Le durcissement diminue lorsque la teneur en Azote augmente, d'autant plus que le niveau de déformation imposé est faible. En revanche, l'adoucissement est d'autant plus intense que la teneur en Azote est élevée et que le niveau de déformation imposé est faible. La période de "quasi-stabilisation" de la contrainte présente un très léger adoucissement tendant vers la stabilisation lorsque $\Delta\varepsilon_t$ augmente. La période dite de "propagation" est de l'ordre de 5 % N_R pour tous les aciers.

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

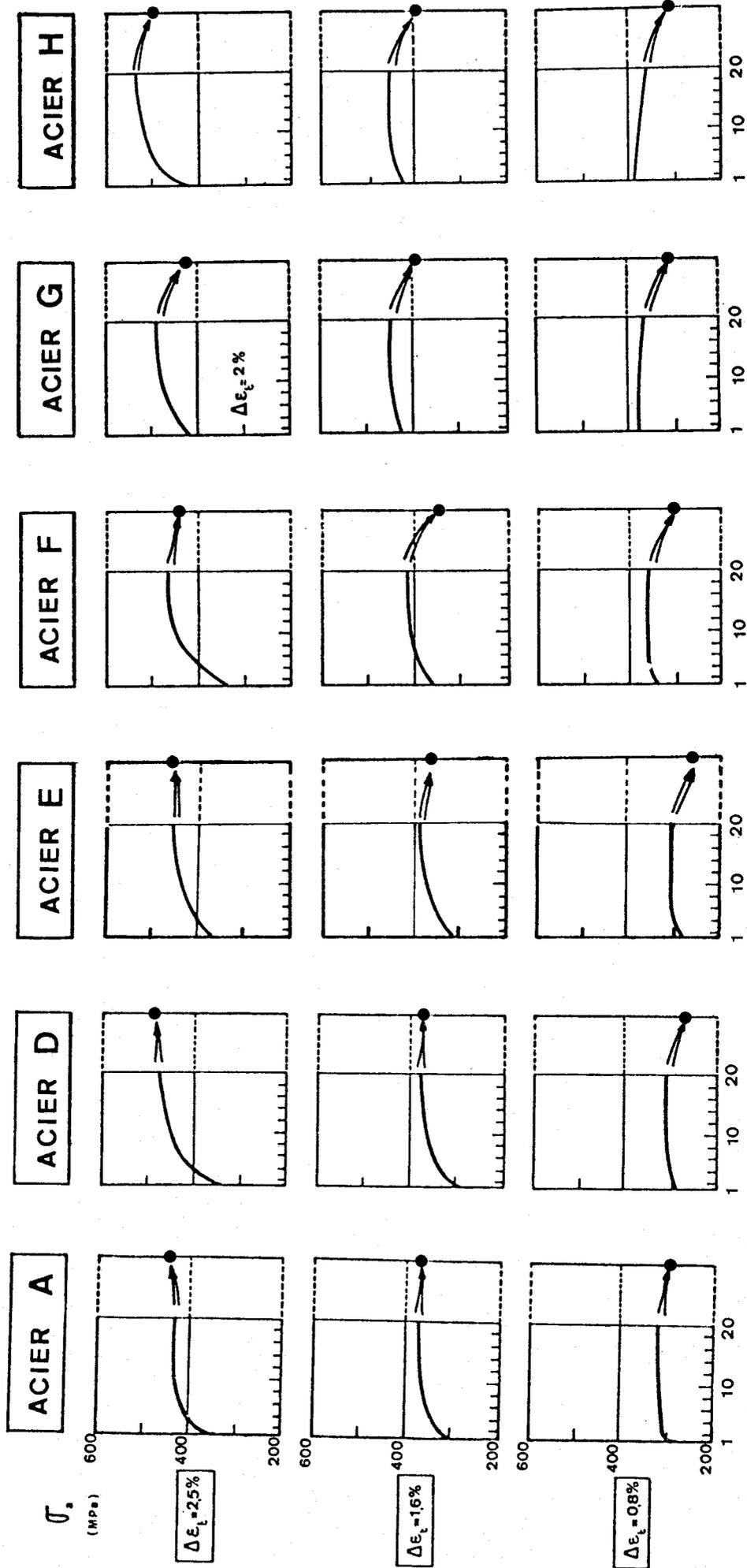
- le durcissement maximum au cours de l'essai :

$$d_{\max} = \sigma_{a \max} - \sigma_{a0}$$

- le durcissement à 20 % N_R , dit "stabilisé" :

$$d_s = \sigma_a - \sigma_{a0}$$

Figure III.2.6
Evolution des contraintes au cours des
20 premiers cycles et contraintes à 20 % de la
durée de vie (aciers A, D, E, F, G, H)



• 20 % NR



et les durcissements relatifs correspondants :

$$d_{r \max} = \frac{\sigma_{a \max} - \sigma_{ao}}{\sigma_{ao}} \quad d_{rs} = \frac{\sigma_a - \sigma_{ao}}{\sigma_{ao}}$$

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

Nous avons tracé les durcissements d_{\max} et d_s en fonction du pourcentage d'Azote, aux niveaux de déformation $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \% - 1,6 \%$ et $2,5 \%$ pour les aciers A, D, F et H (figure III.2.7.a) et les courbes correspondantes en durcissements relatifs (figure III.2.7.b). On constate tout d'abord l'équivalence de ces deux courbes. Le durcissement maximum est obtenu pour l'acier D à forte déformation ($\Delta\varepsilon_t > 1,6 \%$) et pour l'acier A à basse déformation ($\Delta\varepsilon_t < 1,6 \%$). Les durcissements maximum et à 20 % de N_R diminuent avec la teneur en Azote, pour les aciers D, F 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 % pds d'Azote, et à faible niveau de déformation, le durcissement créé par l'écrouissage monotone du premier quart de cycle, bien que renforcé par les tout premiers cycles appliqués, est progressivement perdu au cours du cyclage ultérieur.

Pour les aciers A, D et E à fortes déformations, ces résultats sont conformes au comportement en fatigue oligocyclique des solutions solides initialement recuites, décrit par A. Pineau [39] : 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 des dislocations et à la création de défauts ponctuels. Pour les teneurs en Azote plus élevées (aciers F, G, H) le durcissement initial est suivi d'un fort adoucissement avant stabilisation de la contrainte. Ce comportement particulier

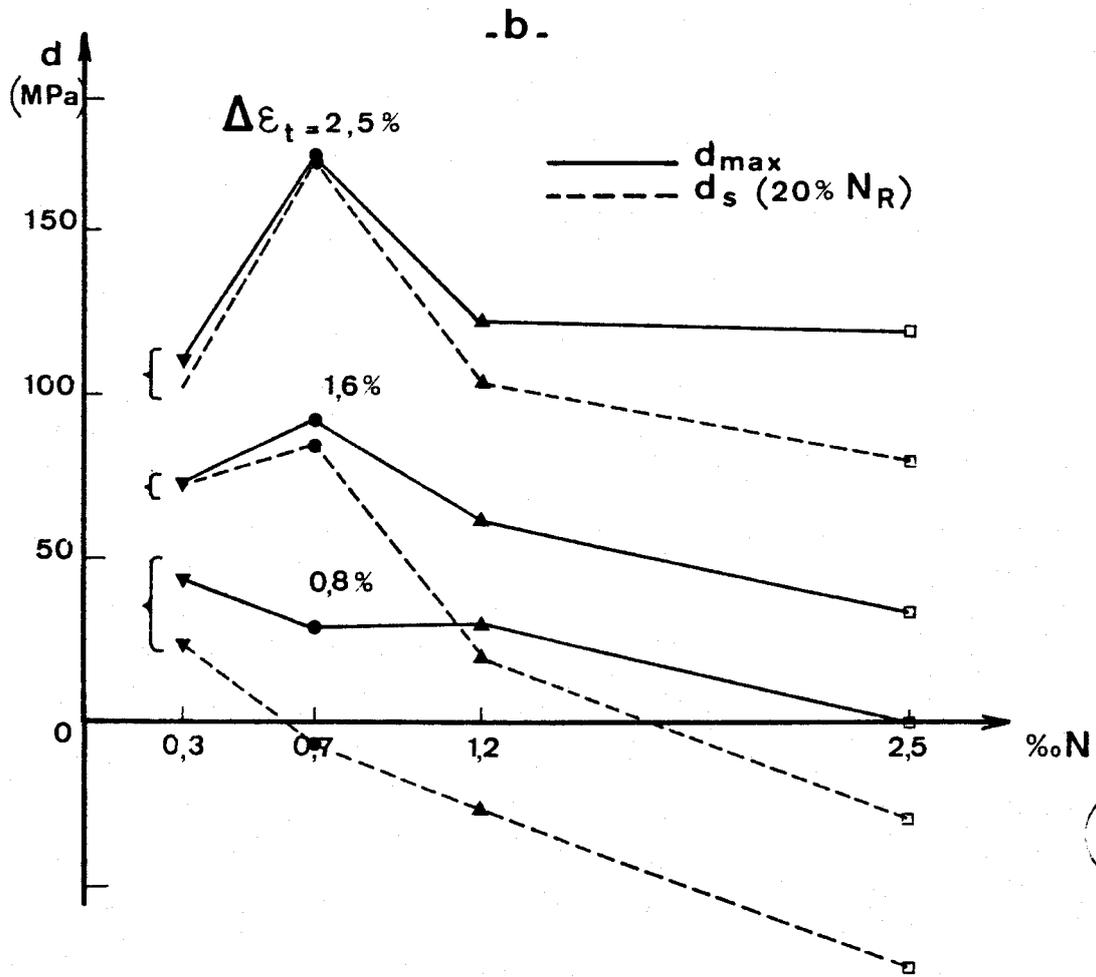
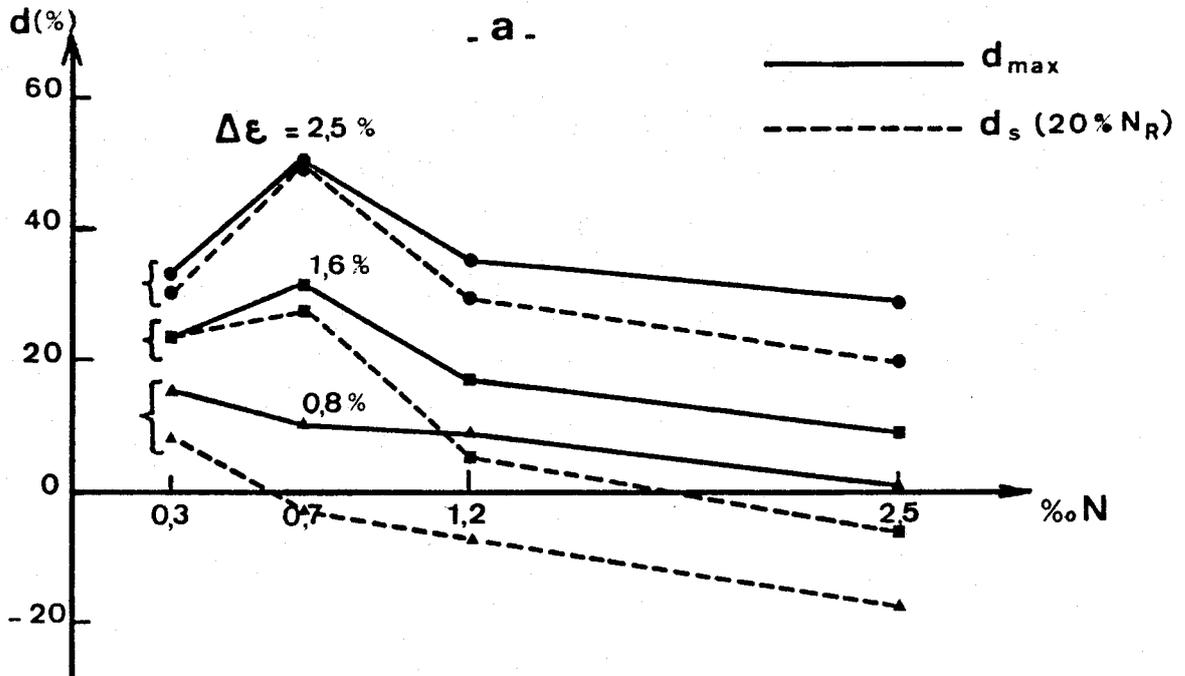


Figure III.2.7

Durcissements au cours du cyclage, en fonction de la teneur en Azote

a - En % de la contrainte au premier quart de cycle

b - En vraie grandeur (MPa)

des solutions solides à forte teneur en Azote sera analysé plus en détail dans le paragraphe III.2.1.5. Il a été également signalé par Namura et al [28].

Résistance à la fatigue oligocyclique

Les courbes de Manson - Coffin (figure III.2.8) montrent qu'à fort niveau de déformation totale imposée ($\Delta\epsilon_t > 1 \%$), les durées de vie augmentent avec la teneur en Azote, et ce d'autant plus que le niveau de $\Delta\epsilon_t$ est élevé. A faible niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t < 1 \%$) les durées de vie ont encore tendance à augmenter avec la teneur en Azote, avec un optimum pour l'acier F (0,12 % N). Les moindres durées de vie obtenues en ce qui concerne l'acier G s'expliquent par des hétérogénéités d'élaboration, confirmées par examen des faciès de rupture au microscope électronique à balayage (cf § III.2.1.4). Si les gains en durée de vie à fort niveau de $\Delta\epsilon_t$ sont significatifs, ceux à bas niveau le sont moins, étant donnée la dispersion inhérente aux phénomènes de fatigue.

Afin de mieux comparer ces durées de vie, la figure III.2.9 présente les rapports entre les durées de vie des aciers A, D, F et H et les durées de vie de l'acier A :

$$K = \frac{N_R (A, D, F, H)}{N_R (A)}$$

à même niveau $\Delta\epsilon_t$, en fonction de la teneur en Azote. Ces rapports diminuent avec le niveau de déformation imposée : quand $\Delta\epsilon_t$ passe de 2,5 à 0,6 %, ce rapport passe de 2 à 0,9 pour l'acier D, de 3,3 à 1,3 pour l'acier F et de 3,4 à 1,25 pour l'acier H. Le facteur de gain en durée de vie K augmente donc avec la variation de déformation totale $\Delta\epsilon_t$ et avec la teneur en Azote.

La figure III.2.9 met clairement en évidence la variation quasi-linéaire du rapport K avec la teneur en Azote, de pente croissante avec le niveau de déformation imposée, pour les teneurs en Azote inférieures ou égales à 0,12 % pds. Une saturation apparaît pour les plus fortes teneurs, quelque soit le niveau de déformation.

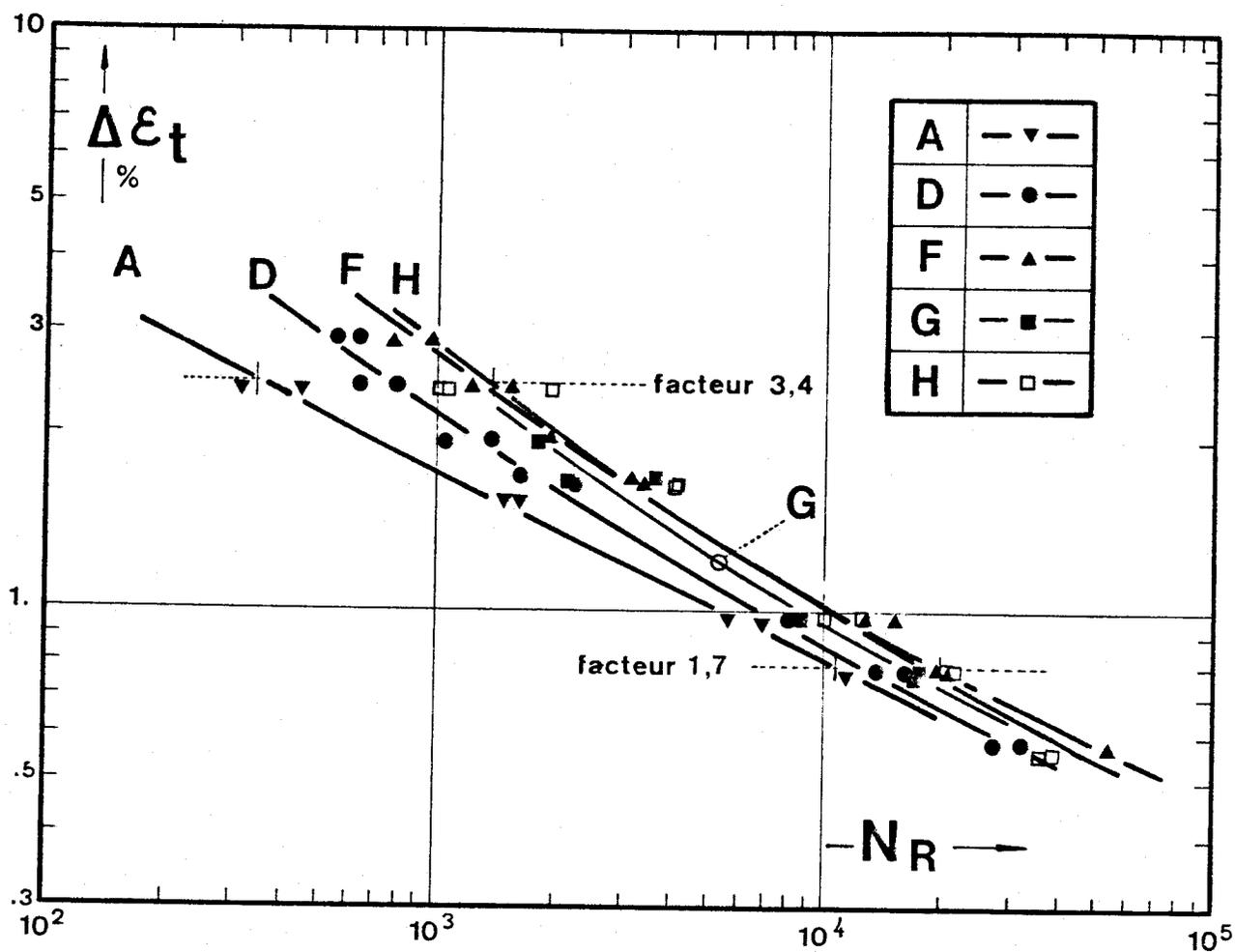


Figure III.2.8
Courbes de Manson - Coffin des aciers
A, D, F, G, H à température ambiante

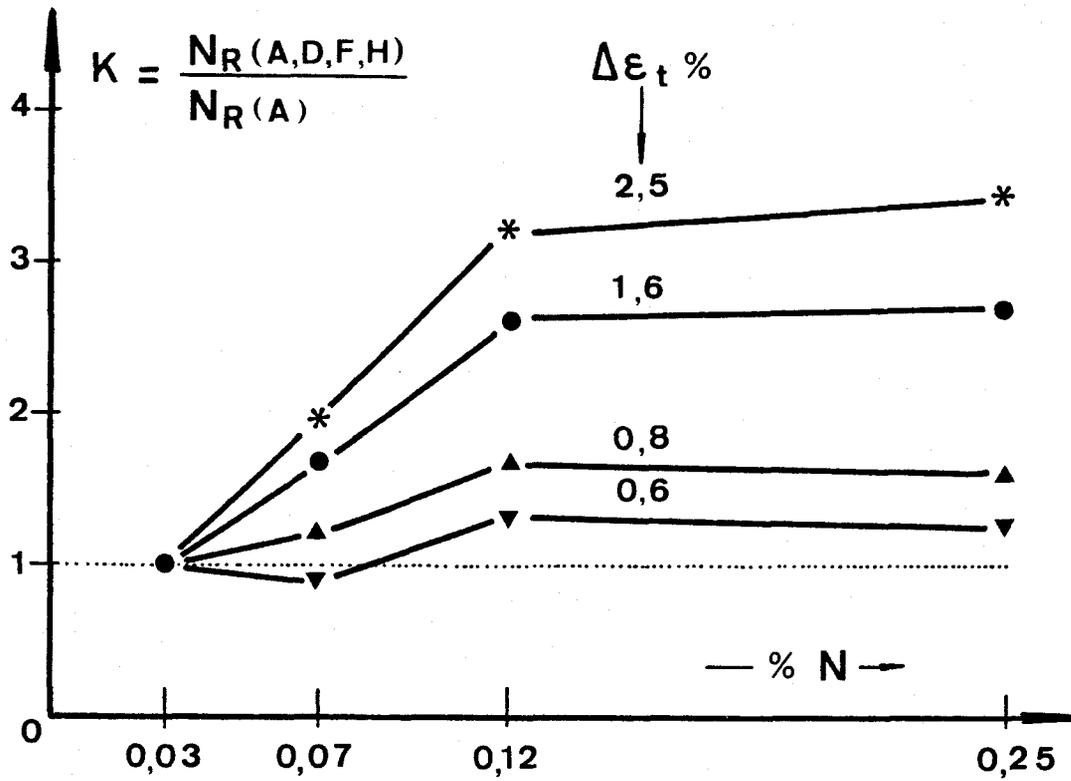


Figure III.2.9
Rapports entre les durées de vie,
à même $\Delta \epsilon_t$, en fonction de la teneur en Azote

Existence d'un maximum de durée de vie - Relation entre N_R , $\Delta\epsilon_p$ et X [48, 49]

L'équation de Manson - Coffin

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

peut encore s'écrire $N_R = (C_p / \Delta\epsilon_p)^{1/c}$ où C_p et c

dépendent de la teneur en Azote X (figure III.2.10) : N_R augmente lorsque C_p augmente et lorsque c diminue. La croissance monotone de C_p et c avec X suggère l'existence d'un maximum de durée de vie, pour une variation de déformation donnée. La dérivée

$$\frac{dN_R}{dX} = \frac{\partial N_R}{\partial C_p} \frac{dC_p}{dX} + \frac{\partial N_R}{\partial c} \frac{dc}{dX} \quad (2)$$

s'annule au voisinage de $\overline{\Delta\epsilon_p} = 1,5 \%$, $\overline{C_p} = 50$ et $\overline{c} = 0,5$, dans le domaine 0,03 - 0,25 % pds N. La position du maximum varie avec $\Delta\epsilon_p$. Etant donnée la dispersion que présentent les variations $C_p(X)$ et $c(X)$, la valeur du maximum de N_R ne peut être précisée. Les résultats expérimentaux montrent que le maximum se situe au delà de 0,12 % pds N.

Nous nous proposons alors d'optimiser un développement limité dans le domaine où N_R varie avec la teneur en Azote de manière monotone (0,03 < X < 0,12 %) en supposant que les coefficients sont du type Manson - Coffin :

$$N_R(X) = N_R(0,03) [1 + a\Delta\epsilon_p^b (X-0,03) + a'\Delta\epsilon_p^{b'} (X-0,03)^2 + \dots] \quad (3)$$

où $N_R(0,03) = 1835 \Delta\epsilon_p^{-2,39}$ est la loi de Manson - Coffin de l'acier A (X = 0,03 %).

Un programme de calcul utilisant un code itératif montre que les termes quadratiques peuvent être négligés, conduisant à la relation :

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

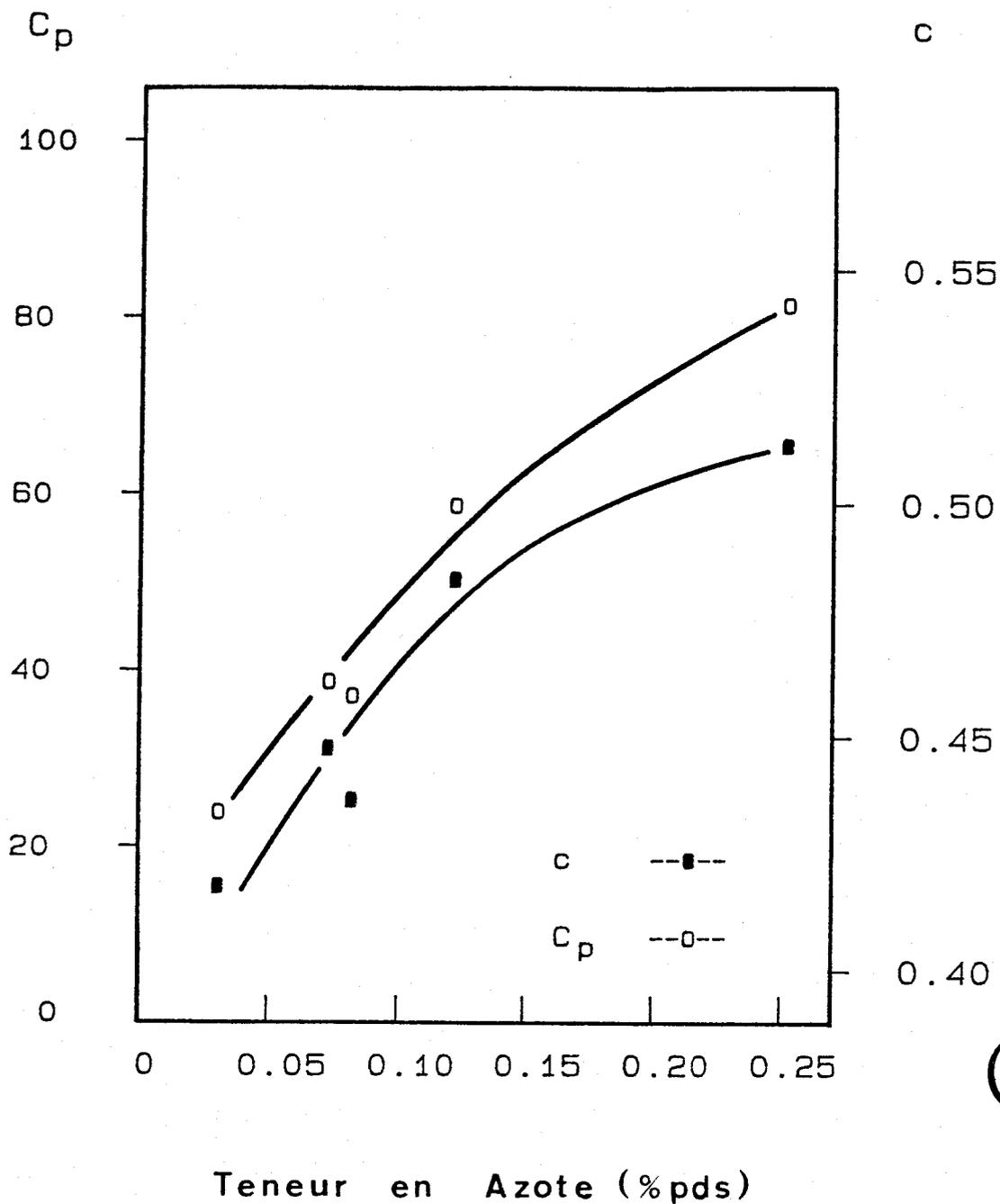


Figure III.2.10
Variations de C_p et c avec la teneur
en Azote X (% pds)

Les courbes $\Delta \varepsilon_p$ en fonction de N_R obtenues à partir des relations (1) et (4) sont définies sur la figure III.2.11 pour les aciers A, D et F. Les durées de vie calculées par ces relations sont tracées en fonction des valeurs expérimentales sur les figures III.2.12.a et b respectivement. La bande de dispersion est la même pour les deux relations. L'équation (4) peut donc être utilisée pour décrire le comportement en fatigue oligocyclique de ces différentes nuances d'aciers 316 L à l'Azote, elle se substitue alors à un ensemble de lois de Manson-Coffin.

III.2.1.2.b. Effet d'un vieillissement préalable

Ecrouissage cyclique et évolution des contraintes au cours d'un essai.

Le comportement en fatigue oligocyclique à température ambiante des aciers E et H n'est pas fondamentalement modifié par un vieillissement préalable à 600°C. A même déformation totale imposée, les niveaux de contraintes stabilisées sont sensiblement les mêmes entre les états hypertrempés et vieillis 2 000 h, et ils sont légèrement accrus par le vieillissement de 10 000 h à 600°C, aussi bien pour l'acier E (0,08 % N) que pour l'acier H (0,25 % N), comme le montrent leurs courbes d'écrouissage cyclique, figures III.2.13.a et b. Le comportement d'accommodation n'est pas modifié non plus par ces traitements de vieillissement : l'acier E vieilli durcit jusqu'à stabilisation de la contrainte, et l'acier H vieilli durcit puis s'adoucit avant stabilisation de la contrainte. Pourtant le niveau de contrainte au premier quart de cycle est accru par le vieillissement préalable, comme la limite d'élasticité, tandis que l'intensité des durcissements et adoucissements d'accommodation est légèrement réduite.

Résistance à la fatigue oligocyclique

A température ambiante (figure III.2.14), la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers E et H est quasiment la même, après hypertrempe seule ou après hypertrempe suivie de 2 000 h de vieillissement à 600°. En revanche, elle est réduite par un vieillissement de 10 000 h à 600°C : à fort niveau de déformation ($\Delta \varepsilon_t = 2,5 \%$), d'un facteur 1,3 pour l'acier E et

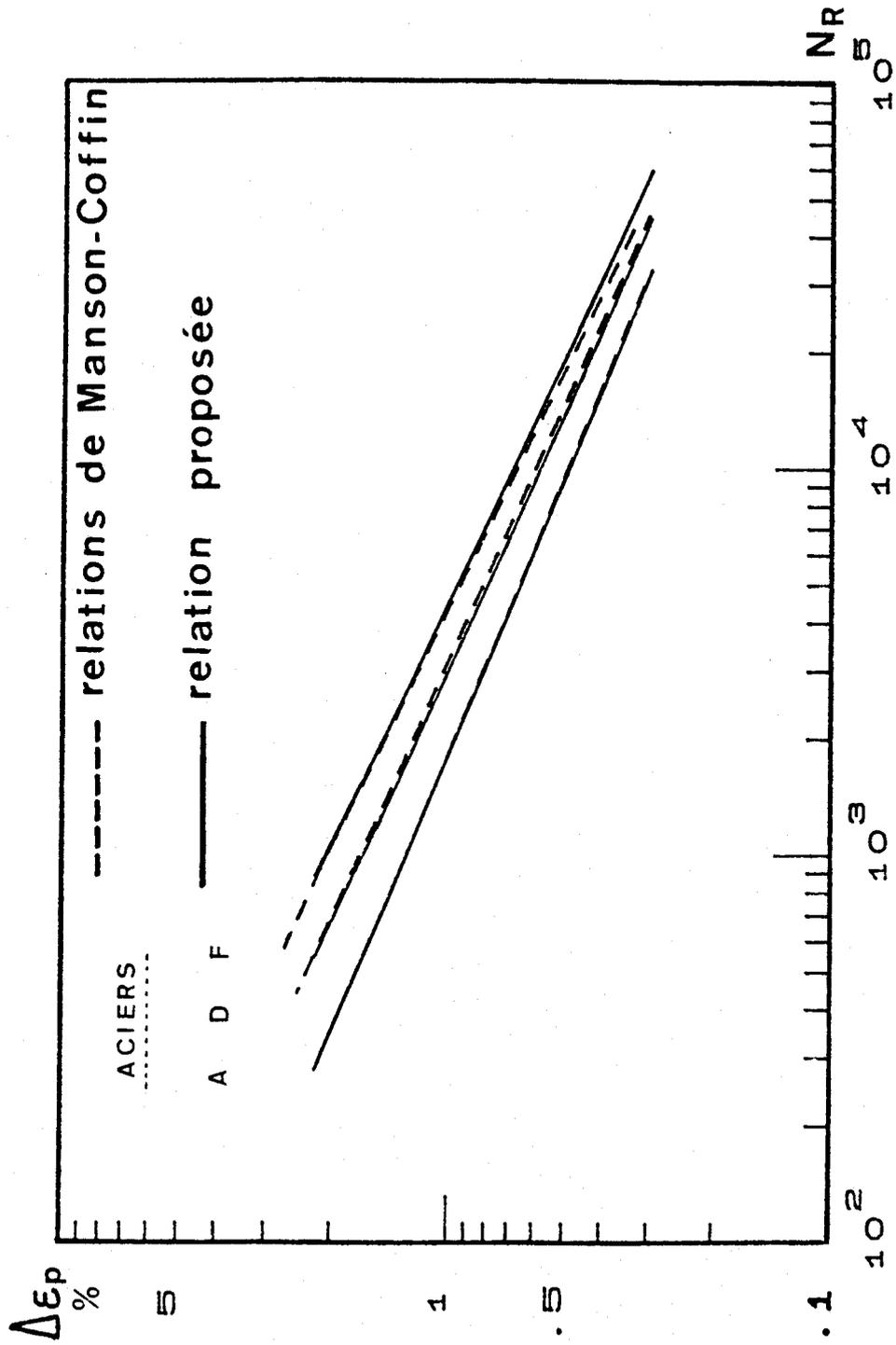


Figure III.2.11

Courbes de résistance à la fatigue

obtenues par la relation (3) pour les aciers A, D et F



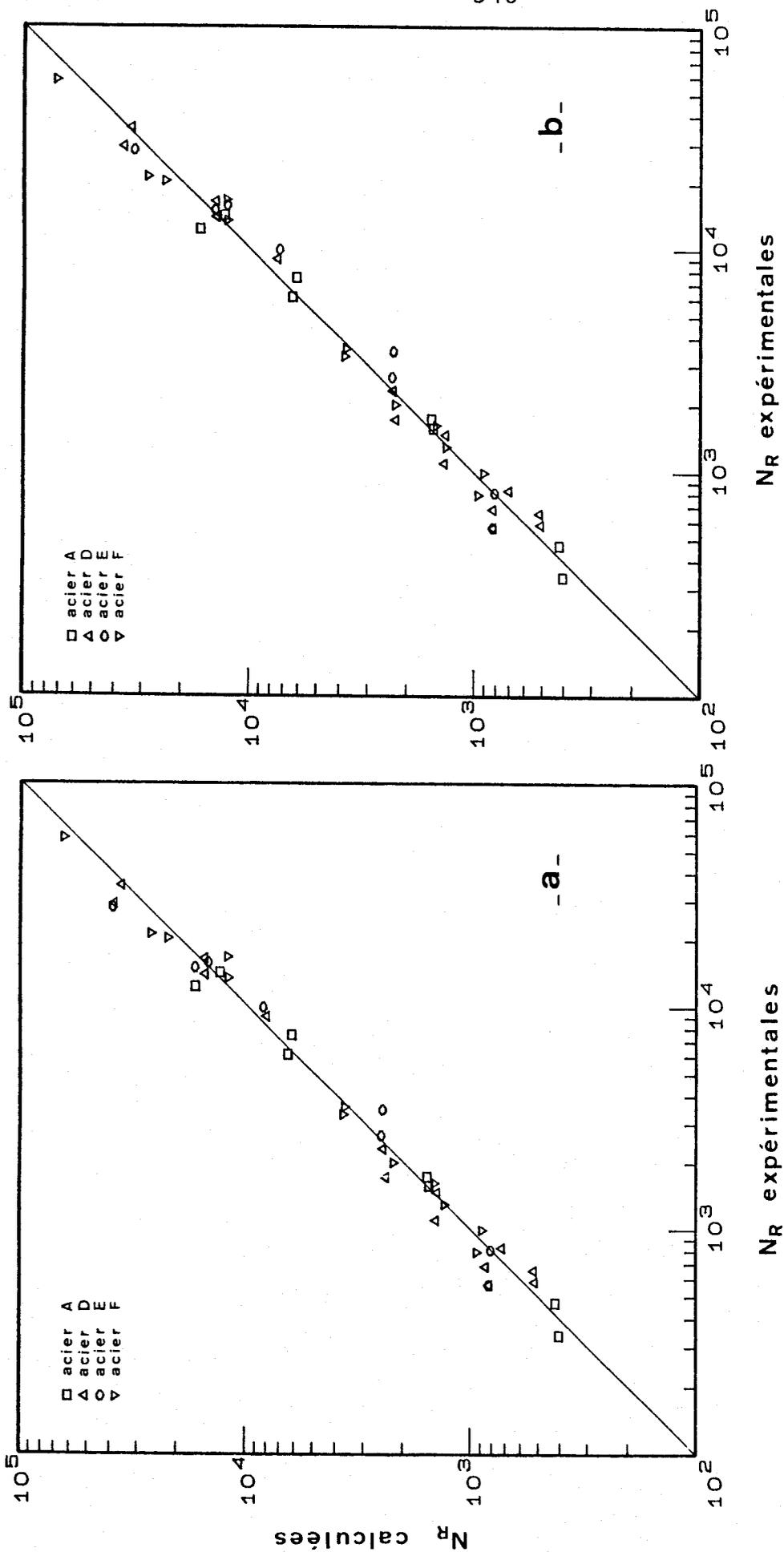


Figure III.2.12
Comparaison entre les durées de vie calculées par
la relation de Manson - Coffin (-a-) et par la relation
proposée (-b-) et les durées de vie expérimentales



Figure III.2.13

Courbes d'érouissage monotone et cyclique à 20°C
des aciers E (-a-) et H (-b-) hypertrempés et vieillis

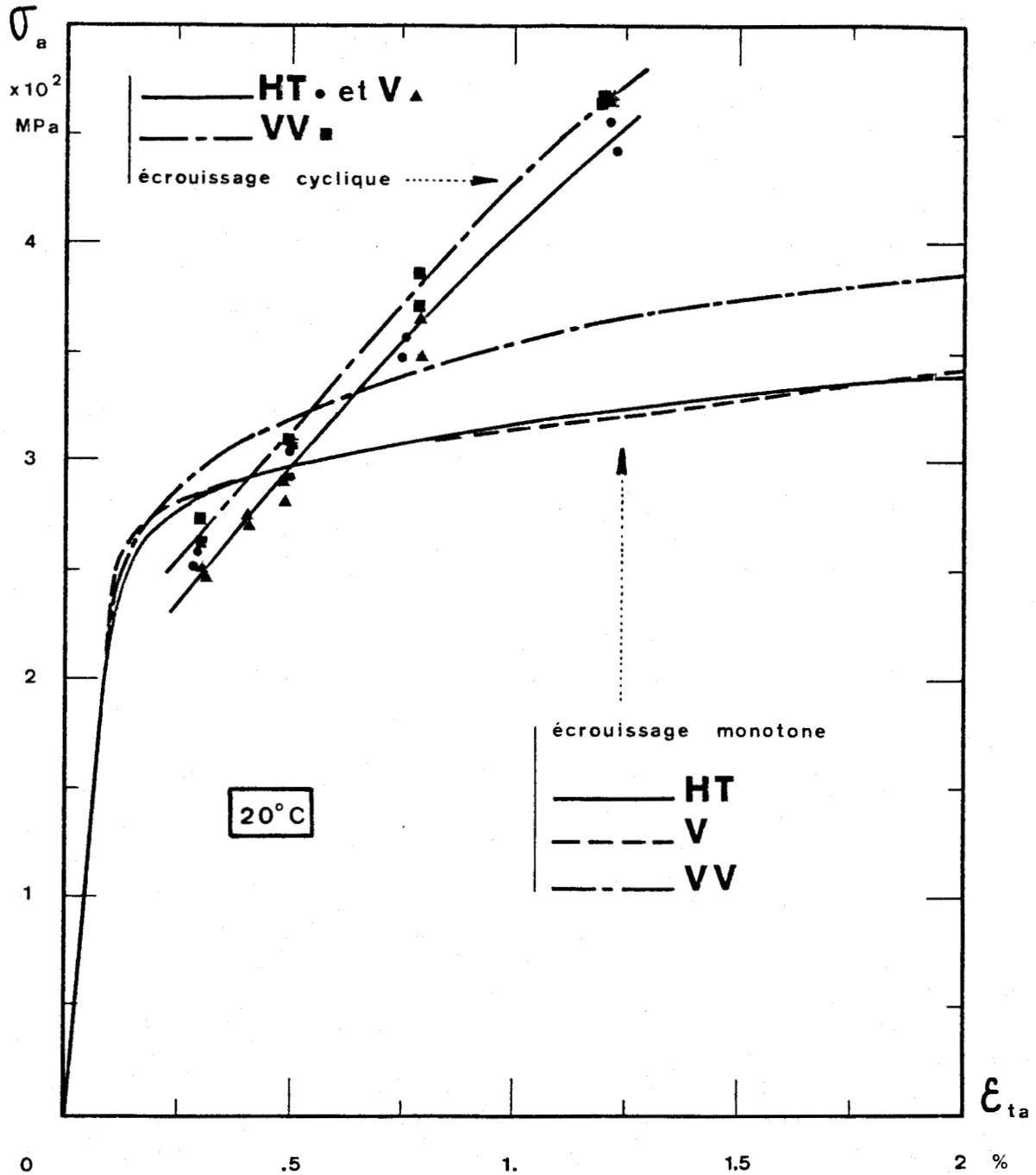


Figure III.2.13.a

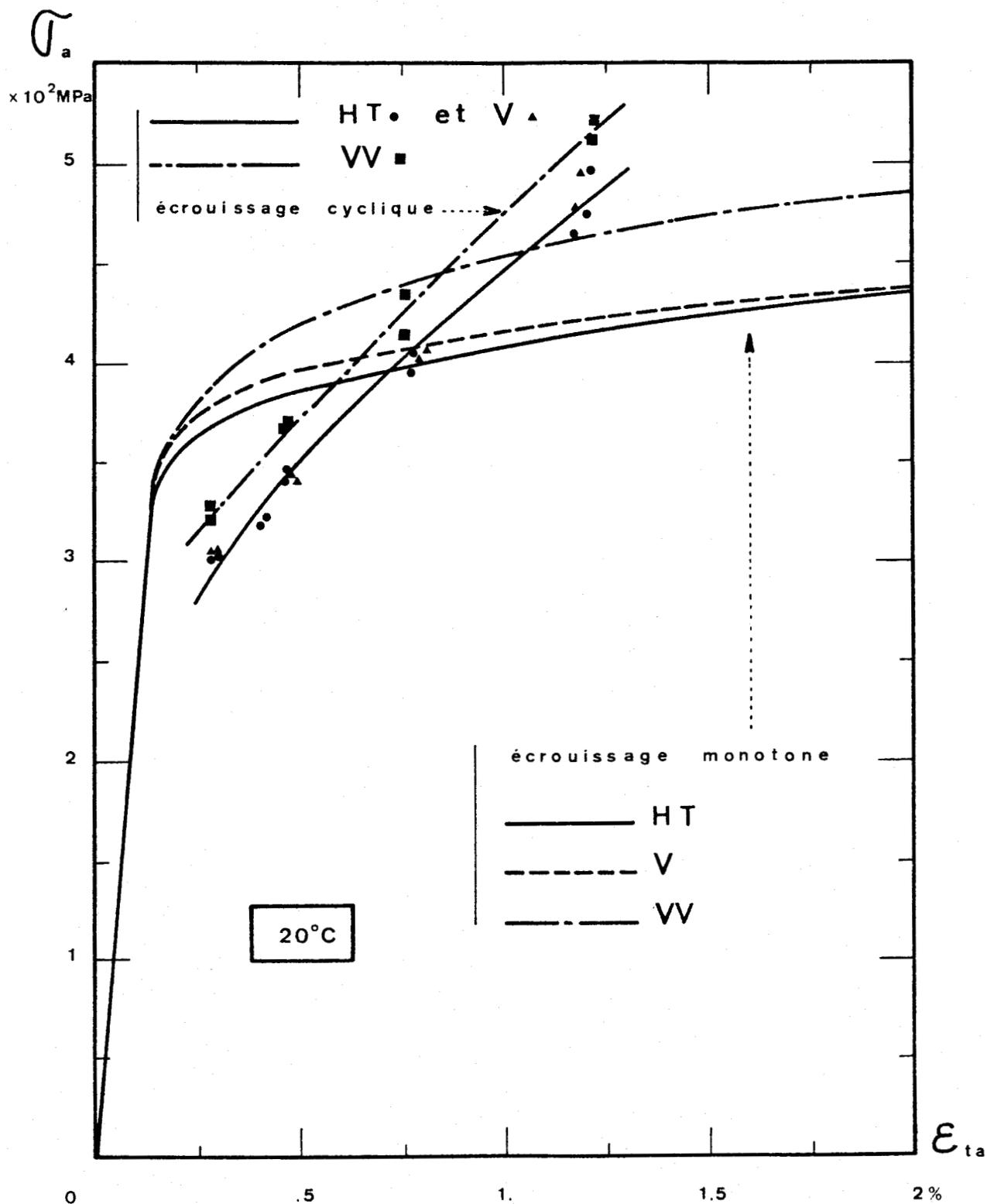


Figure III.2.13.b

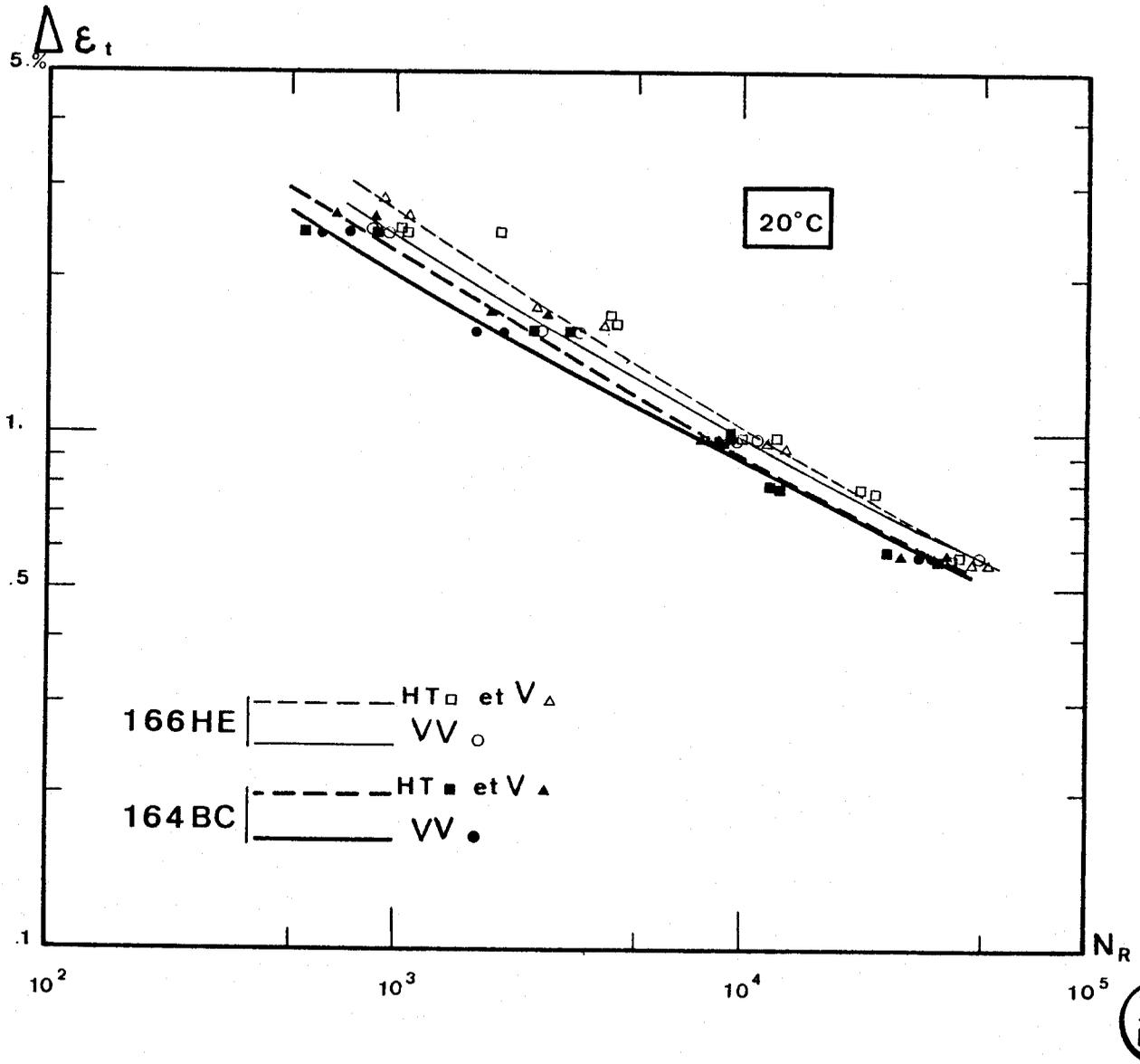


Figure III.2.14
Courbes de Manson - Coffin à 20°C des aciers
E et H hypertrempés et vieillis



d'un facteur 1,45 pour l'acier H ; ce facteur avoisine 1 pour les deux aciers, à bas niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,6 \%$). Le gain de durée de vie à température ambiante, dû à l'addition d'Azote, est néanmoins conservé même après 10 000 h de vieillissement.

III.2.1.c. Energies dissipées

Il est bien connu que l'aire de la boucle d'Hystérésis caractérise l'énergie dissipée par cycle ΔW [50, 51] :

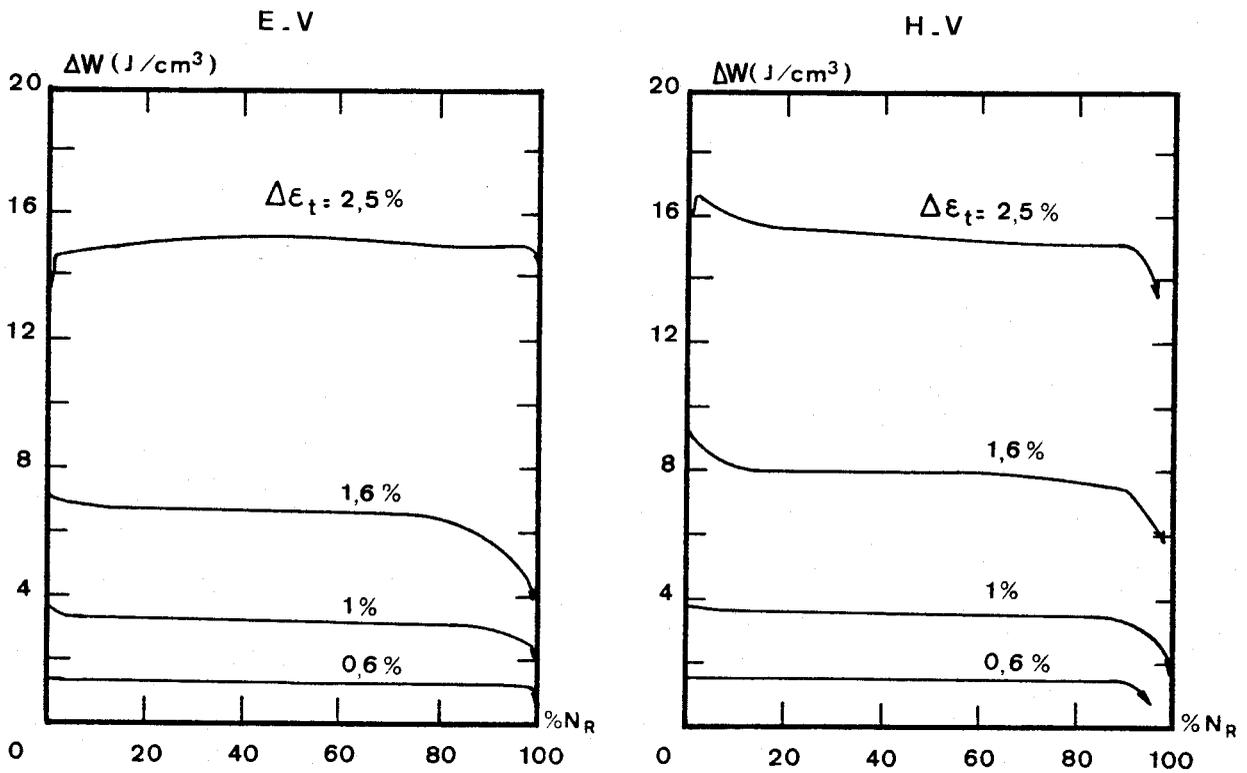
$$\Delta W = \iint d\sigma d\epsilon = \int \sigma(\epsilon) d\epsilon$$

On sait qu'en règle générale l'énergie emmagasinée sous forme de défauts -défauts qui participent à l'endommagement- ne représente qu'une partie de l'énergie mécanique dépensée ΔW , le reste étant dissipé sous forme de chaleur, ce qui limite de façon évidente les éventuelles interprétations tirées de corrélations endommagement - énergie dissipée.

Nous avons procédé à l'acquisition sur table traçante des cycles d'Hystérésis, durant la fatigue à température ambiante des aciers E et H hypere trempés et vieillis, puis à la digitalisation de ces cycles. Un logiciel de calcul a permis l'exploitation de nombreux paramètres caractéristiques d'un cycle, en particulier pour ce qui nous concerne, l'aire du cycle, les "contraintes pics" σ_{PT} et σ_{PC} respectivement en traction et en compression, et les contraintes au décollement de la droite élastique au cours du demi-cycle de montée en charge (σ_{DT}) et au cours du demi-cycle de descente en charge (σ_{DC}). Nous discutons ici de l'aire du cycle, et traiterons des contraintes ultérieurement (cf § III.2.1.6).

L'évolution de l'énergie ΔW au cours du cyclage suit grossièrement les variations de l'amplitude de contrainte ; en particulier elle montre une phase d'accommodation où l'énergie varie rapidement au cours du cyclage, suivie d'une phase de stabilisation où ΔW reste quasiment constant et finalement une phase de propagation où ΔW chute rapidement (figure III.2.15). Au cours du cyclage, l'évolution de cette énergie par cycle

Figure III.2.15
Evolution de l'énergie d'Hystérésis ΔW au cours
du cyclage à 20°C des aciers E-V et H-V



Acier	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$W_{t_0} = \int_0^{N_R} \Delta W dn$ (J/cm ³)	$W_t = N_R \Delta W_S$ (J/cm ³)	Erreur relative $ W_t - W_{t_0} / W_{t_0}$ (%)
E-HT	2,5	8 240	8 280	0,48
H-HT	2,5	31 810	31 690	0,38

Tableau III.2.1.

Erreur relative commise en adoptant l'équation (6)
en remplacement de l'équation (5)

ACIER	$\Delta W_S = \alpha \Delta\epsilon_t^\beta$		
	α	β	r
A-HT	3,10	1,742	0,9997
E-HT	3,36	1,660	0,9993
E-V	3,40	1,665	0,9996
E-VV	3,42	1,665	0,9996
H-HT	3,54	1,640	0,9995
H-V	3,63	1,625	0,9995
H-VV	3,66	1,640	0,9988



Tableau III.2.2.

Paramètres α et β de la loi $\Delta W_S = \alpha \Delta\epsilon_t^\beta$
où ΔW_S s'exprime en J/cm³, $\Delta\epsilon_t$ en %, et
r est le coefficient de corrélation

intègre à la fois l'évolution des contraintes et celle des déformations. Ces deux grandeurs varient en sens inverse, il est évident que les variations de l'énergie par cycle ΔW sont beaucoup plus atténuées que celles de la contrainte, en particulier durant la phase d'accommodation.

L'énergie mécanique totale dépensée au cours d'un essai de fatigue oligocyclique est définie par

$$W_t = \int_0^{N_R} \Delta W \, dn \quad (5)$$

L'énergie par cycle ΔW étant constante durant la plus grande partie de la durée de vie, de nombreux auteurs admettent [50, 51, 52] que cette énergie totale est très correctement approchée par

$$W_t = N_R \Delta W_S \quad (6)$$

où ΔW_S représente l'aire de la boucle d'Hystérésis au cycle stabilisé (défini à 20 % N_R à température ambiante). Nous avons évalué l'erreur relative consécutive à l'utilisation de l'équation (6), sur deux essais effectués à fort niveau de déformation ($\Delta \epsilon_t = 2,5$ %) sur les aciers E - HT et H - HT respectivement (cf tableau III.2.1). Ces essais ont été choisis en raison de la durée de leurs phases d'accommodation et de propagation, qui couvrent une plus grande fraction de la durée de vie que dans des essais à plus faible $\Delta \epsilon_t$. Les erreurs obtenues sont inférieures à 0,5 %, et nous les considèrerons négligeables. Ceci nous permet de ne travailler désormais que sur l'énergie dissipée au cycle stabilisé. La figure III.2.16 représente en diagramme bilogarithmique l'énergie ΔW_S en fonction du niveau de déformation totale imposée :

sur la figure III.2.16.a pour les aciers A, E et H hypere trempés,
sur la figure III.2.16.b pour l'acier E hypere trempé et vieilli
et sur la figure III.2.16.C pour l'acier H hypere trempé et vieilli.

On y voit que l'énergie au cycle stabilisé s'exprime très correctement par

$$\Delta W_S = \alpha \Delta \epsilon_t^3$$

Figure III.2.16

Energie d'Hystérésis au cycle stabilisé en fonction de la variation de déformation imposée

Figure III.2.16.a

- Pour les aciers A, E et H hypertrempés (effet de l'Azote interstitiel)

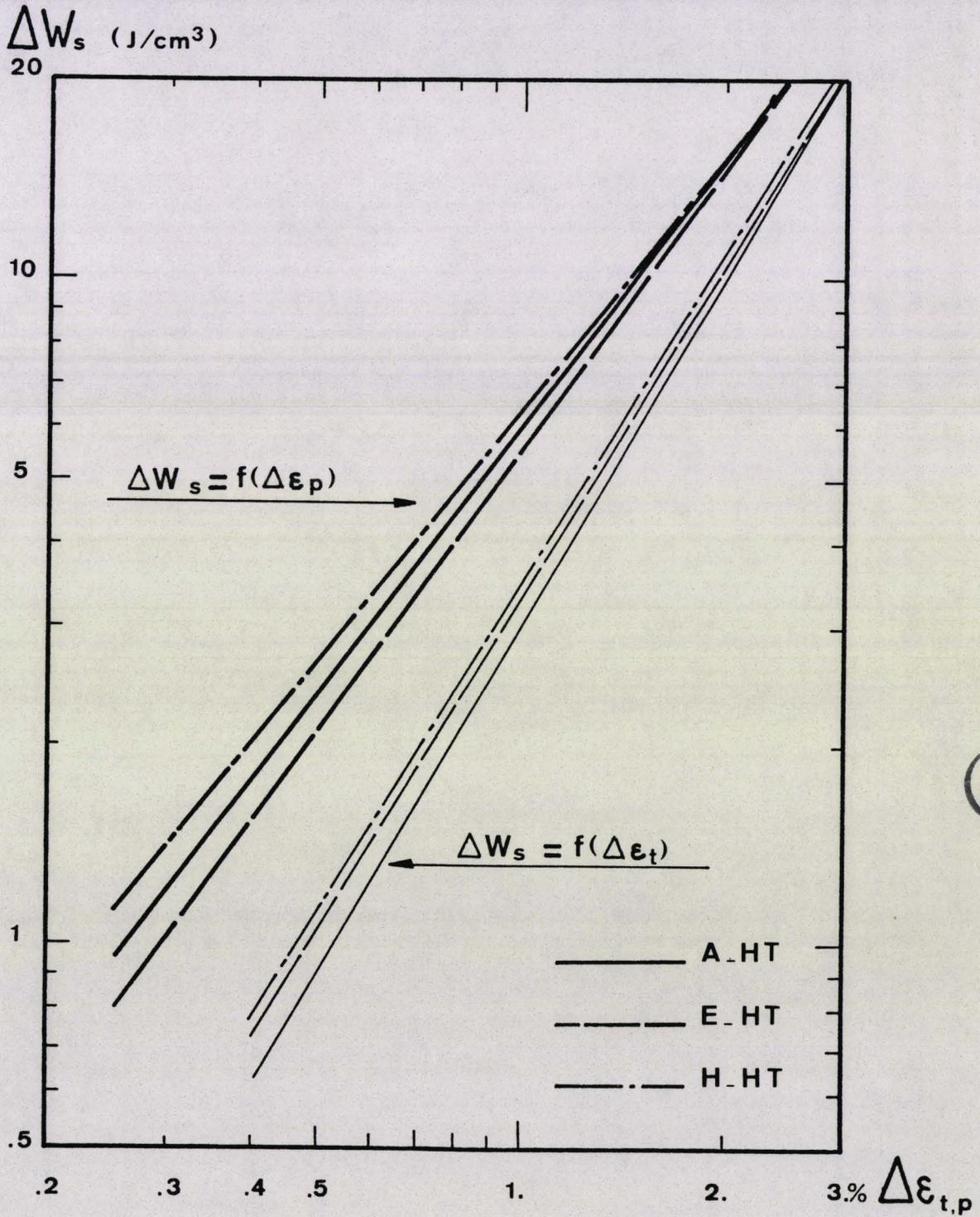


Figure III.2.16.b

- Pour l'acier E hypertrempé et vieilli (effet du vieillissement dans un acier à bas Azote : 0,08 %)

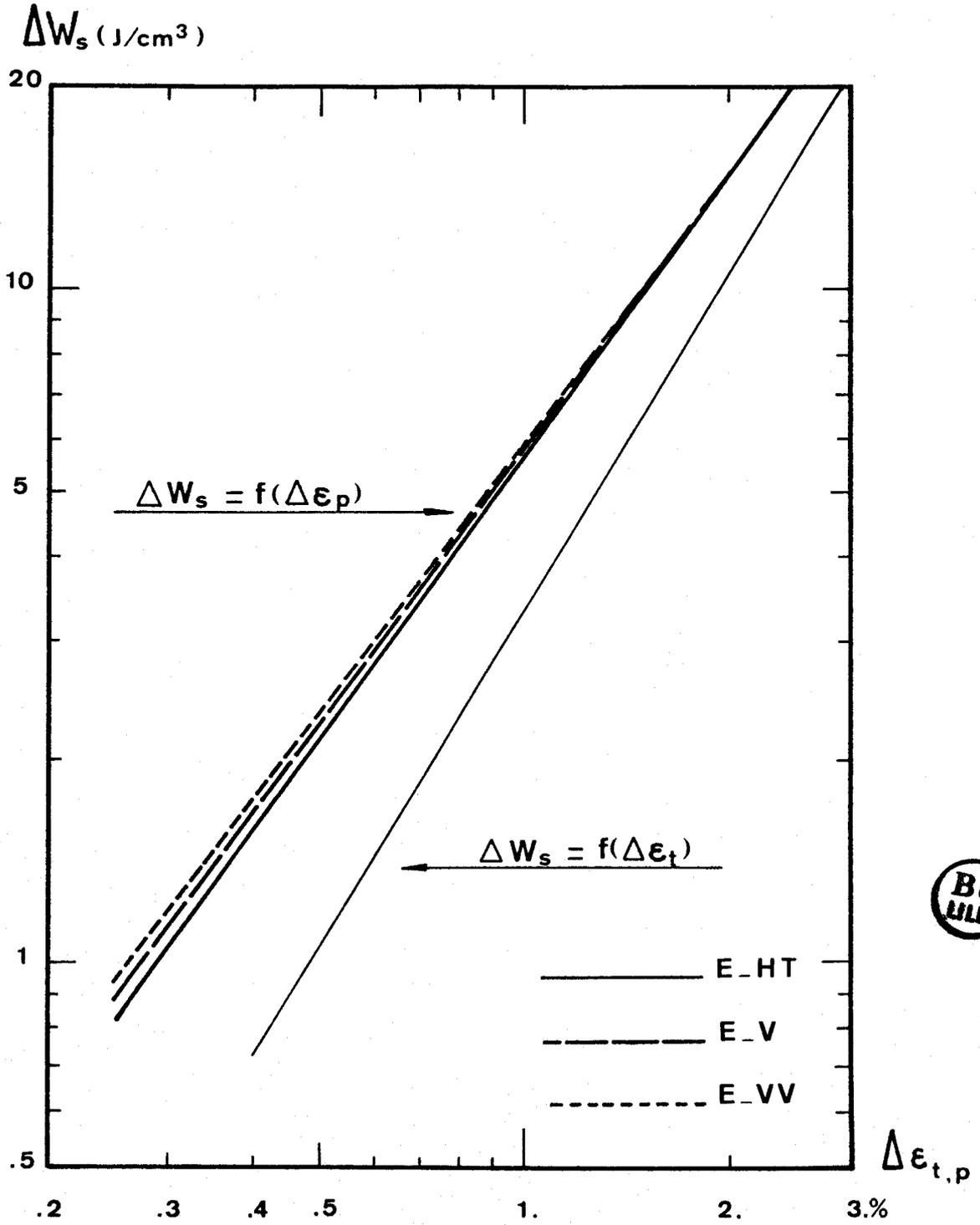
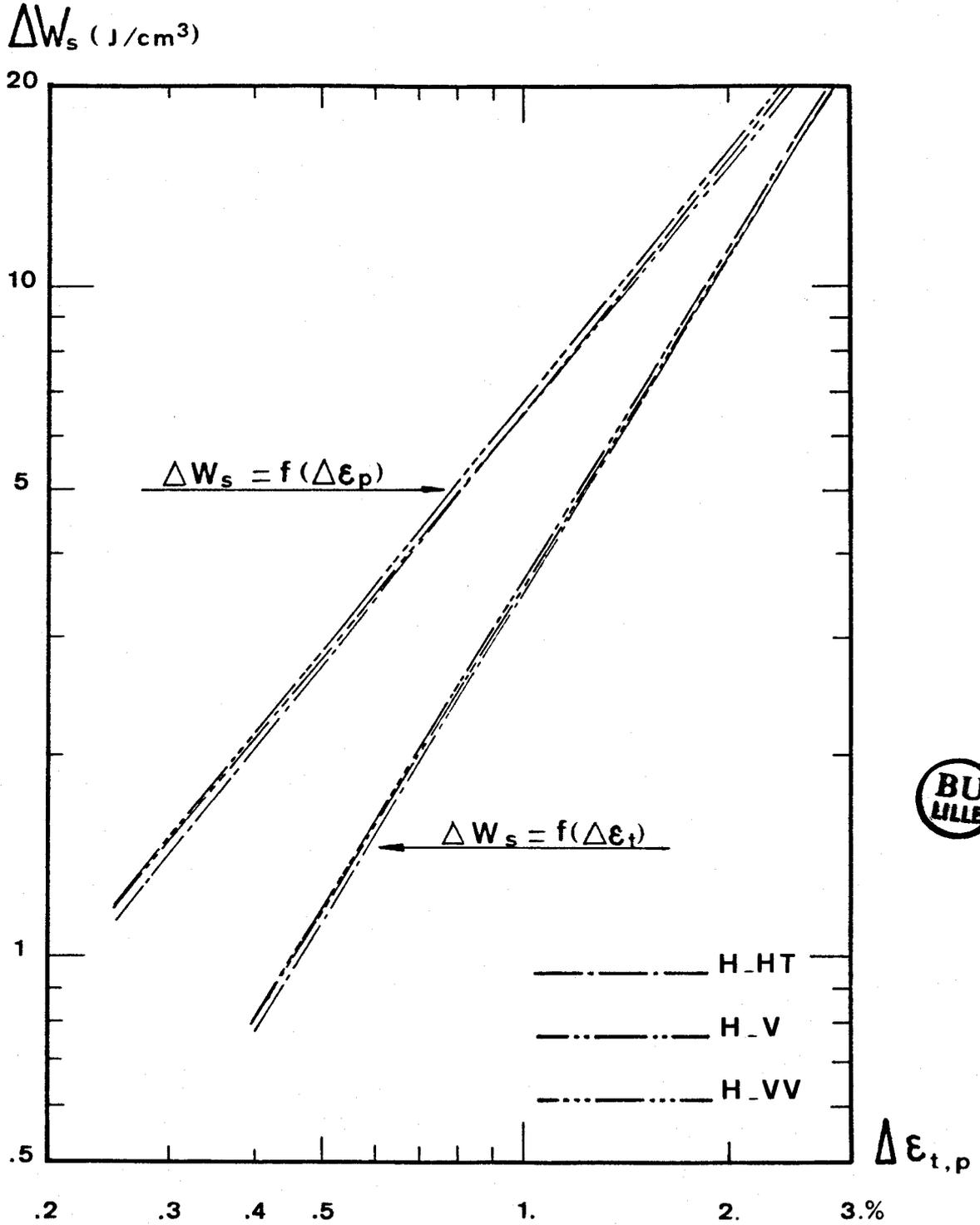


Figure III.2.16.c

- Pour l'acier H hypertrempé et vieilli (effet du vieillissement dans un acier à fort Azote : 0,25 %)



où α et β sont définis dans le tableau III.2.2 ainsi que les coefficients de corrélation obtenus r . Cette relation est quasiment indépendante du traitement thermique initial (figure III.2.16.b et c) et très légèrement croissante avec la teneur en Azote (figure III.2.16.a). Ceci signifie que la meilleure résistance à la fatigue oligocyclique des aciers à l'Azote ne peut pas être attribuée à une plus faible énergie dissipée par cycle. On ne peut néanmoins pas affirmer qu'il en est de même vis à vis de l'énergie emmagasinée sous forme de défauts, puisque celle-ci représente une fraction inconnue et sans doute variable, de l'énergie dissipée par cycle. En revanche l'énergie totale dissipée au cours d'un essai augmente considérablement avec la teneur en Azote et avec la durée de vieillissement, de manière comparable aux durées de vie. Une loi de type

$$W_t = \lambda \Delta \varepsilon_t^{-\gamma}$$

corrèle correctement ces résultats, comme on le voit dans le tableau III.2.3 ; les droites obtenues en diagramme bilogarithmique sont représentées sur la figure III.2.17.

La forme des boucles d'Hystérésis n'est pas prise en compte par l'analyse des énergies. Aussi, de l'analyse des cycles, avons-nous déduit le "paramètre d'énergie" défini par Abel et al. [53], caractéristique du degré de réversibilité de la déformation plastique (cf fig. III.2.18.a) :

$$\beta_E = \frac{\Delta \sigma \Delta \varepsilon_p - \Delta W}{\Delta W} = \frac{W_{R1} + W_{R2}}{\Delta W}$$

Le paramètre d'énergie β_E est nul dans le cas où l'endommagement par déformation plastique, en traction comme en compression, est irréversible : c'est le cas des matériaux dits "élastiques - parfaitement plastiques". Le paramètre β_E augmente avec le degré de réversibilité de la déformation. Abel et Muir [53] ont montré que les alliages à faible énergie de faute d'empilement ont la propriété de stocker une énergie de déformation plastique de manière réversible : c'est-à-dire que l'état déformé est instable et une grande partie de l'énergie de déformation emmagasinée est récupérée au cours du chargement inverse ; la déformation plastique apparaît alors très tôt lors de ce chargement inverse. Dans un essai de traction

Acier	$W_t = \lambda \Delta \epsilon_t^{-\nu}$		
	λ	ν	r
A-HT	18 660	1,330	0,978
E-HT	31 740	1,130	0,962
E-V	28 700	1,035	0,941
E-VV	25 000	1,096	0,983
H-HT	46 760	0,739	0,900
H-V	46 520	1,158	0,970
H-VV	37 280	1,103	0,993

Tableau III.2.3.

Paramètres λ et ν de la loi $W_t = \lambda \Delta \epsilon_t^{-\nu}$
 où W_t s'exprime en J/cm^3 , $\Delta \epsilon_t$ en %, et
 r est le coefficient de corrélation



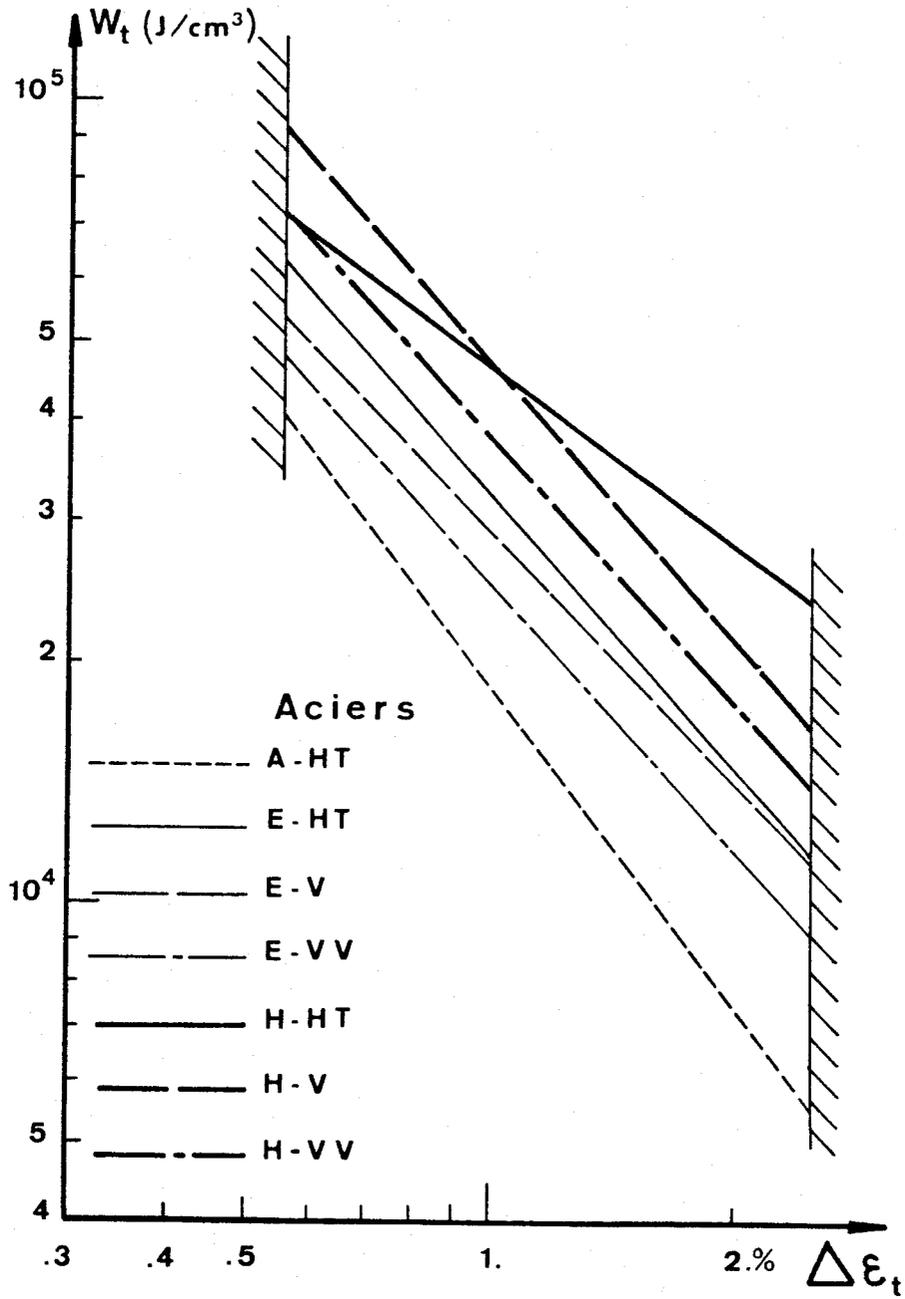
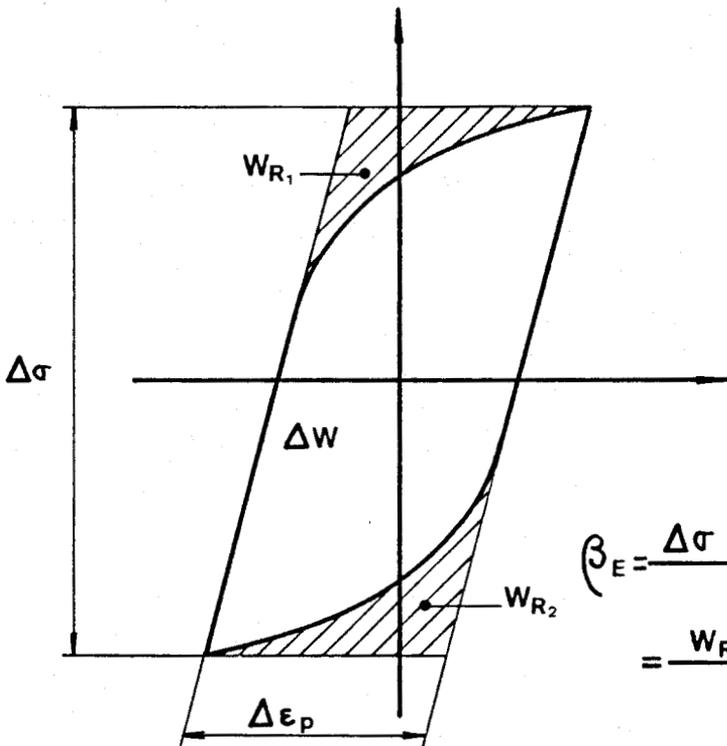


Figure III.2.17
Energies totales dissipées en fonction de la
variation de déformation totale imposée,
pour les aciers A, E et H

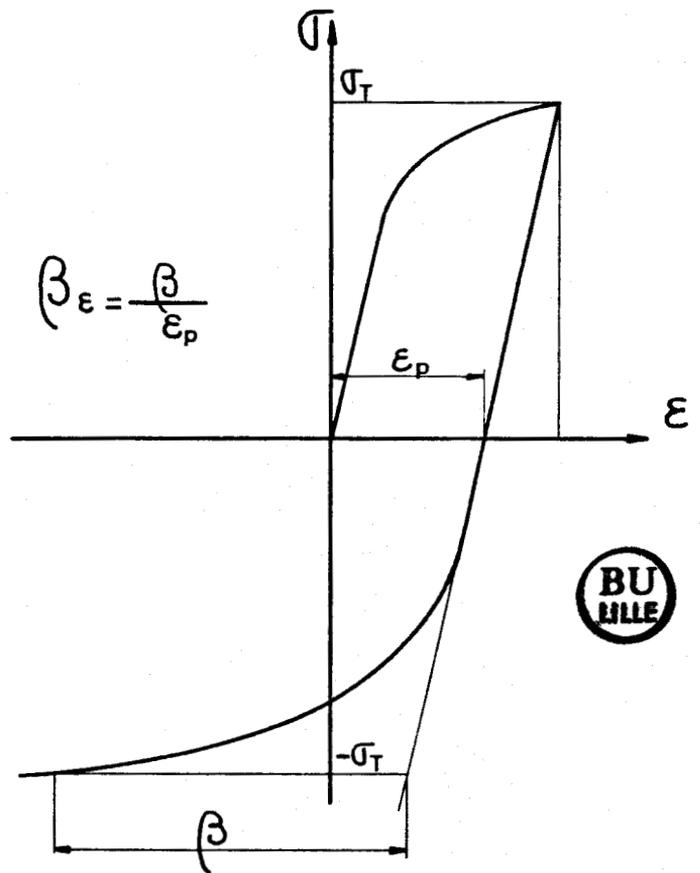


- a -

$$\beta_E = \frac{\Delta\sigma \Delta\varepsilon_p - \Delta W}{\Delta W}$$

$$= \frac{W_{R1} + W_{R2}}{\Delta W}$$

- b -



$$\beta_E = \frac{\beta}{\varepsilon_p}$$



Figure III.2.18

Définition du "paramètre d'énergie" β_E (-a-) et du "paramètre Bauschinger" β_E (-b-)

suivi de compression, cet effet se manifeste par un fort effet Bauschinger, caractérisé par une valeur élevée du "paramètre Bauschinger" : $\beta_{\epsilon} = \frac{\beta}{\epsilon^p}$ défini sur la figure III.2.18.b. Dans un essai de fatigue P oligocyclique, le même effet se traduit par une plus grande valeur du paramètre d'énergie β_E , c'est-à-dire par une boucle d'Hystérésis plus allongée.

Nous avons représenté :

- sur la figure III.2.19.a le paramètre d'énergie β_E des aciers A, E et H hypere trempés, à 20 % N_R , en fonction de la variation de déformation imposée $\Delta\epsilon_t$.
- sur la figure III.2.19.b celui de l'acier E hypere trempé et vieilli, au second cycle et à 20 % N_R , en fonction de $\Delta\epsilon_t$.
- sur la figure III.2.19.c celui de l'acier H hypere trempé et vieilli, au second cycle et à 20 % N_R , en fonction de $\Delta\epsilon_t$.

On constate que globalement, le paramètre d'énergie augmente lorsque $\Delta\epsilon_t$ diminue, et lorsque le temps de vieillissement augmente. β_E est d'autre part nettement plus élevé à 20 % N_R qu'au second cycle. Il augmente donc au cours du cyclage, comme le montre la figure III.2.20.

En revanche les paramètres d'énergie des aciers A, E et H ne montrent une croissance monotone avec la teneur en Azote qu'à haut niveau de déformation imposée (figure III.2.19.a). L'abaissement de l'EFE dû à l'Azote ne se traduit donc pas à tout niveau de déformation par une augmentation de β_E , comme le proposent Abel et Muir [53]. Il faut pourtant préciser que l'étude citée porte sur des alliages Cu-Al de teneurs allant de 0 à 8,12 % Al, dont l'EFE varie de 70 à 3 ergs/cm². Pour notre part, la plage des EFE est beaucoup plus faible : 30 ergs/cm² pour l'acier A, 25 ergs/cm² pour l'acier E et 14 ergs/cm² pour l'acier H, si nous admettons les valeurs proposées par Schramm et Reed [31] pour ce type d'aciers (cf § I.2.1).

L'analyse du paramètre β_E , caractéristique de la forme du cycle, traduit donc la meilleure réversibilité de la déformation à faible $\Delta\epsilon_t$; il est en effet bien connu que la densité de dislocations décroît lorsque le niveau de déformation imposée diminue, ce qui diminue d'autant les obstacles au mouvement des dislocations et évite ainsi l'activation de nouvelles sources.

Figure III.2.19

Paramètres d'énergie en fonction de la variation de déformation totale imposée

- a - Pour les aciers A, E et H hypertrempés, à 20 % N_R
- b - Pour l'acier E hypertrempé et vieilli, au 2^d cycle et à 20 % N_R
- c - Pour l'acier H hypertrempé et vieilli, au 2^d cycle et à 20 % N_R

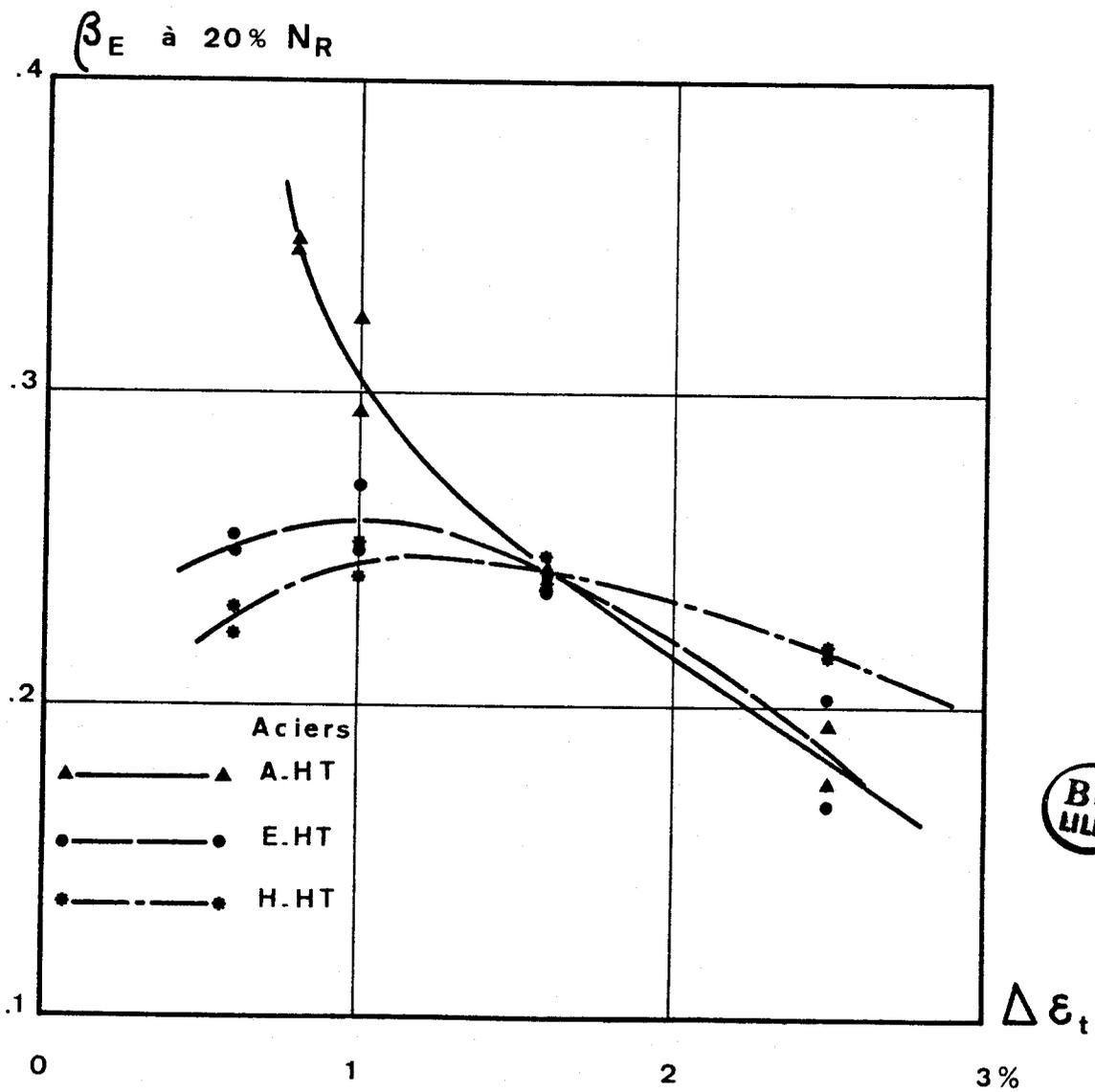
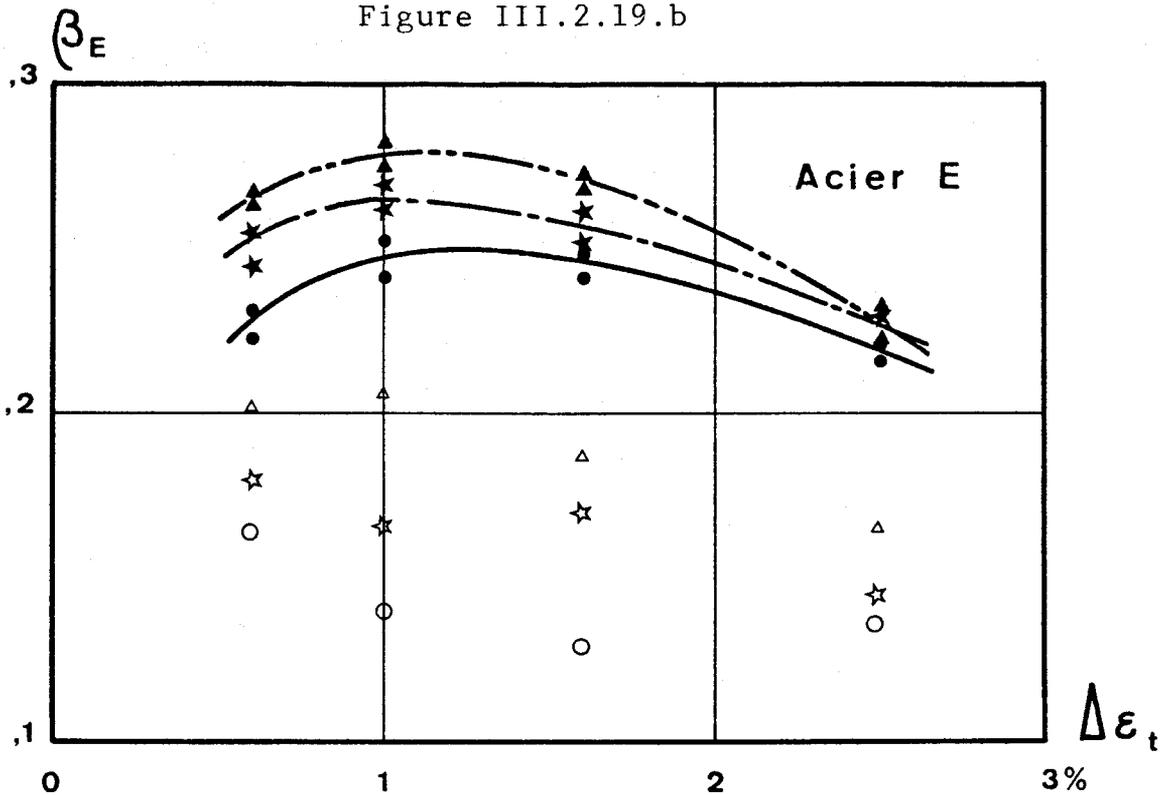


Figure III.2.19.a

Figure III.2.19.b



	HT	V	VV
2 ^d cycle	○	☆	△
20% de N_R	●	★	▲

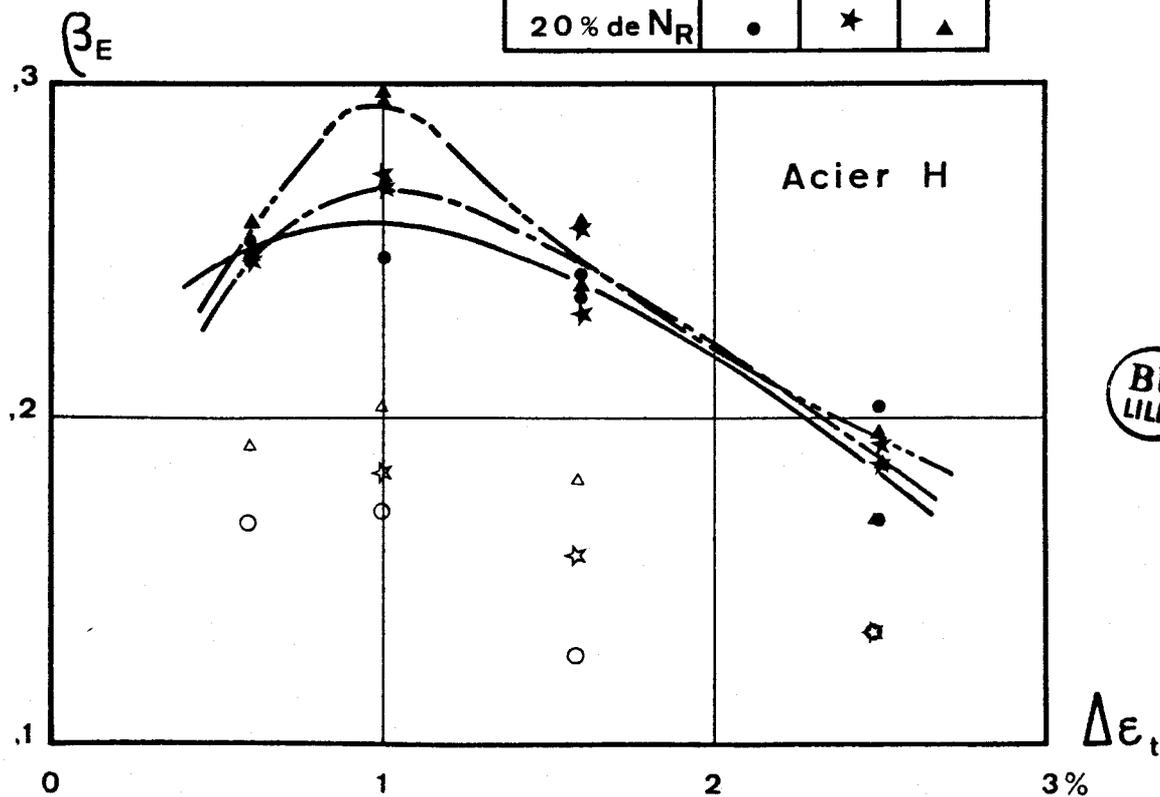


Figure III.2.19.c

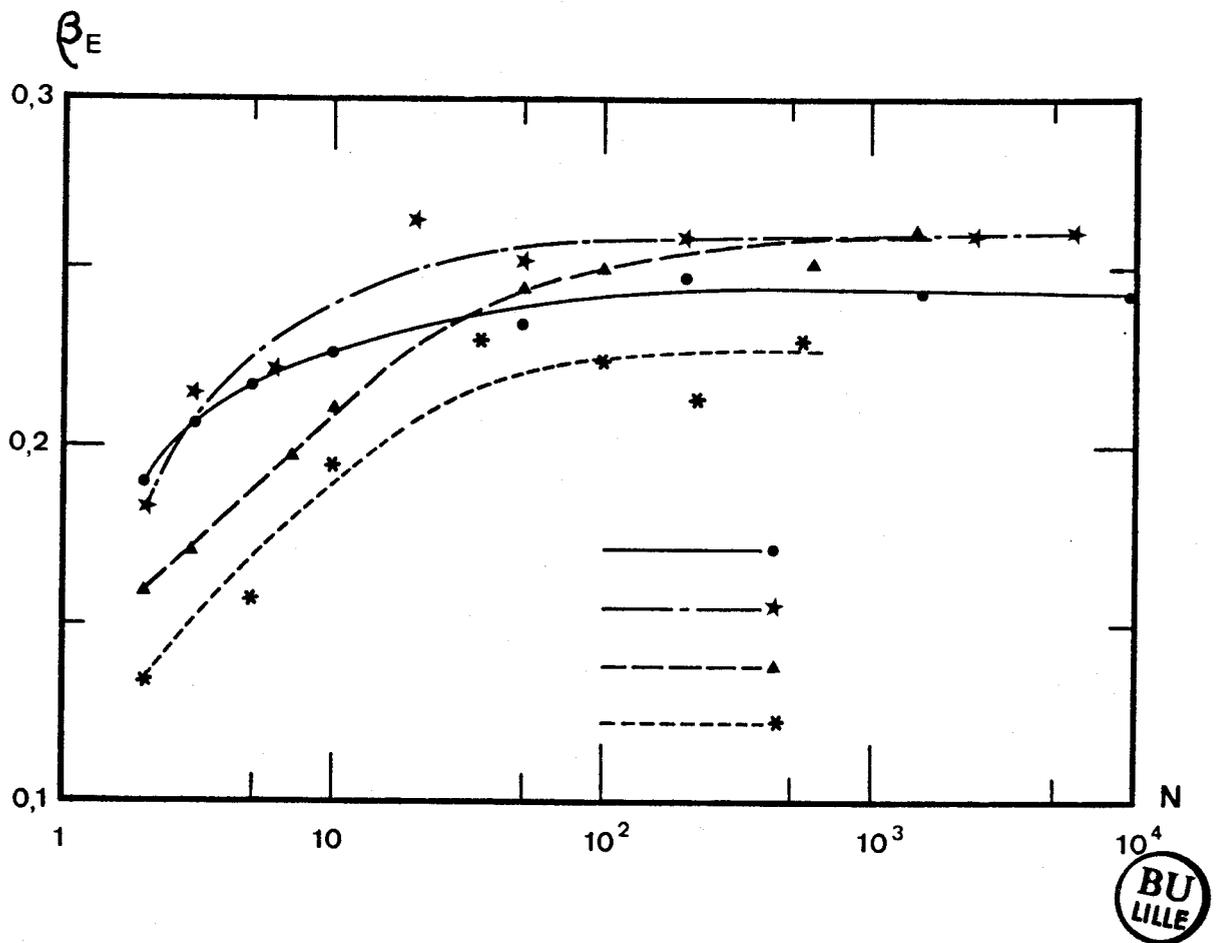


Figure III.2.20

Evolution du paramètre d'énergie β_E au cours du cyclage de l'acier H-V aux niveaux de déformation :

$\Delta \epsilon_t =$

—————	0,6 %	- - - - -	1 %
- - - - -	1,6 %	- - - - -	2,5 %

β_E atteint son maximum à la stabilisation et s'y maintient, ce qui traduit logiquement la stabilité de la sous-structure de dislocations : elle s'est construite durant la phase d'accommodation et reste quasiment inchangée durant la phase de stabilisation. La déformation est alors essentiellement accommodée par un mouvement en aller et retour entre parois stables, cellulaires ou non, et par un équilibre entre la création et l'annihilation de défauts. Ces processus sont éminemment plus réversibles que la création de défauts et leur arrangement en structure stable, qui caractérisent la phase d'accommodation.

Enfin l'augmentation du paramètre d'énergie β_E avec le traitement de vieillissement traduit une meilleure réversibilité de la déformation plastique après un fort temps de vieillissement, c'est-à-dire lorsque la teneur en interstitiels a été réduite par précipitation. Ceci signifie que la meilleure réversibilité de la déformation, dans les aciers vieillis, ne peut être attribuée à un abaissement de l'EFE, puisque qu'au contraire la teneur en Azote interstitiel diminue avec le vieillissement.

III.2.1.3. Analyse des sous-structures de dislocations

Afin de comprendre le rôle de l'Azote interstitiel dans le comportement en plasticité cyclique des aciers 316 L - 316 LN à température ambiante, nous avons analysé les configurations de dislocations obtenues par fatigue oligocyclique des aciers E et H. La préparation des lames minces était la suivante. Des disques de 3mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur étaient prélevés dans la section droite de la partie utile d'échantillons fatigués. Ces disques étaient prélevés à environ 4 millimètres de la rupture, quand elle existait. Ils étaient ensuite polis mécaniquement jusqu'à 0,12 mm d'épaisseur, puis amincis électrolytiquement pour obtenir les lames minces. Pour chaque éprouvette de fatigue analysée, au moins 3 lames minces étaient examinées au moyen de microscopes électroniques en transmission équipés d'une platine goniométrique, sous une tension de 100 ou 200 kV.

Sous-structures de dislocations dans les aciers E et H hyper-trempés.

Dans le but d'interpréter le rôle de l'Azote intersti-

tiel dans le comportement d'accommodation observé à forte teneur en Azote et forte déformation, différent du comportement d'accommodation habituel des solutions solides, des essais sur les aciers E et H hypere trempés ont été interrompus :

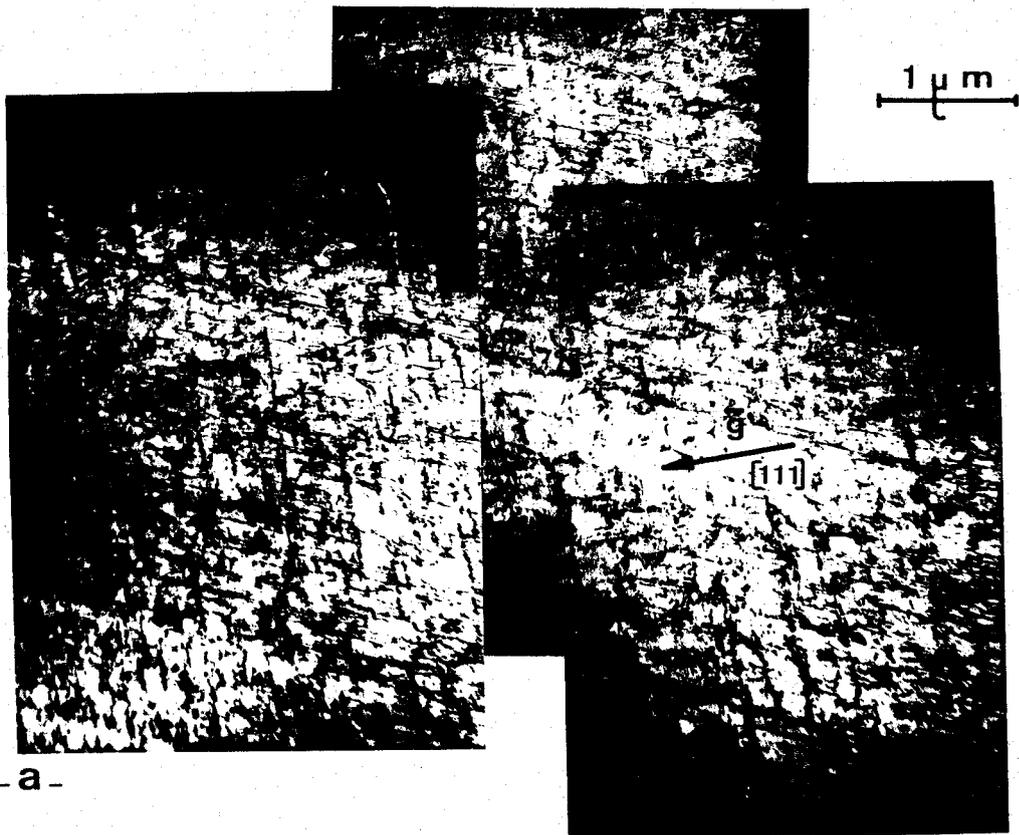
- sur l'acier E, à 5 cycles et à 150 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$
- sur l'acier H, à 5 cycles et à 100 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$.

Ces choix correspondent à des interruptions d'essais en cours de durcissement d'accommodation (5 cycles) et, à la stabilisation pour l'acier E (150 cycles), en cours d'adoucissement d'accommodation pour l'acier H (100 cycles). Les états de déformation ont été examinés. La déformation à rupture après cyclage à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$ et $2,5 \%$ a également été caractérisée, afin de comprendre le rôle de l'Azote interstitiel sur la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers 316 L.

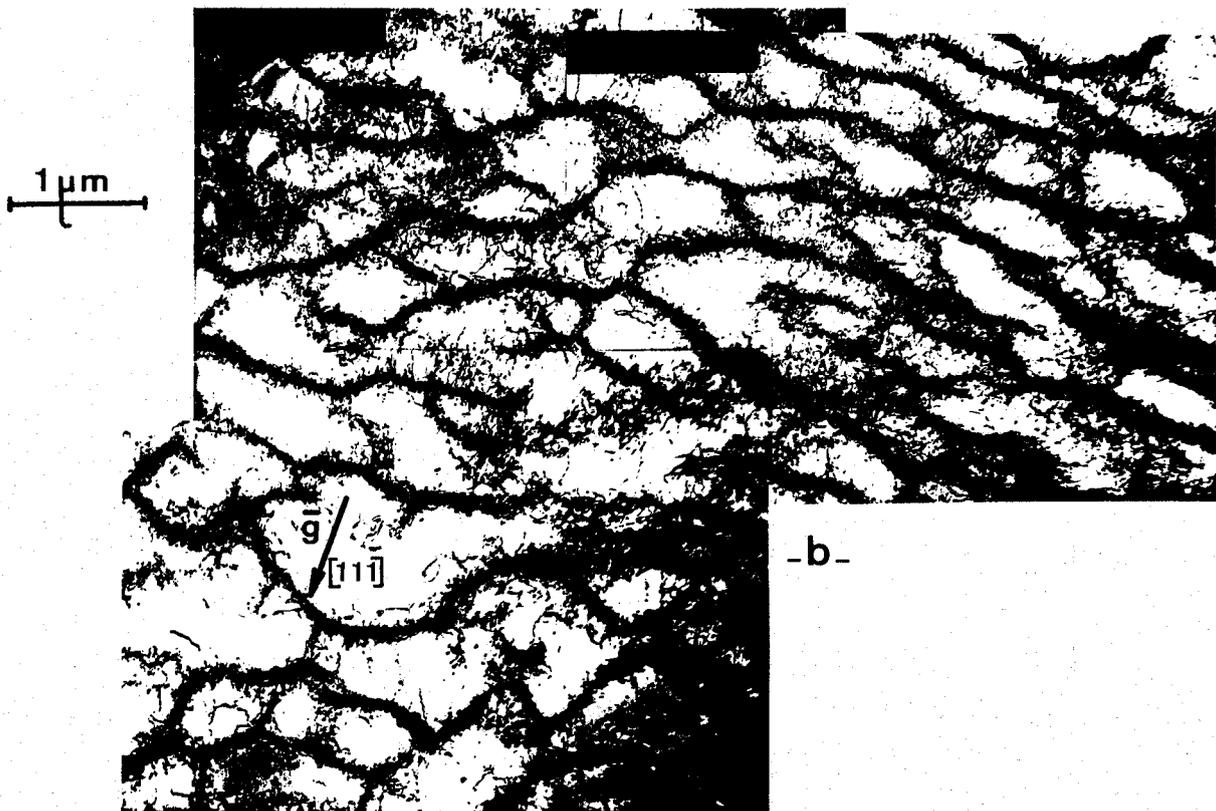
Les deux alliages E et H fatigués présentent des configurations de dislocations très différentes. La figure III.2.21 résume les sous-structures de dislocations rencontrées dans les différents échantillons, et les planches III.2.1 en présentent quelques photos caractéristiques.

Dans l'acier H (0,25 % N) déformé à $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$ pendant 5 cycles, les dislocations sont confinées dans des bandes de glissement intenses $\{111\}$. Bien que moins largement espacés, les réseaux plans $\{111\}$ de dislocations sont encore observés avec une fréquence de 95 % dans l'échantillon cyclé pendant 100 cycles - c'est-à-dire examiné au milieu du stade transitoire d'adoucissement. Cet aspect plan de la déformation subsiste dans l'échantillon cyclé jusqu'à rupture, couvrant alors 50 % des plages observées. Les 50 % restants présentent des cellules de dislocations encore très imparfaites, avec des parois chevelues. Du maclage apparaît assez fréquemment dans les échantillons rompus. A bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$), la sous-structure de dislocations à rupture est très plane et présente des fautes d'empilement ; aucune ébauche de cellules n'est décelable.

Dans l'acier E (0,08 % N) déformé à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$ pendant 5 cycles, on observe un réseau plan $\{111\}$ de dislocations réparties de manière beaucoup plus homogène que dans l'acier H. Les plans de glissement sont beaucoup moins espacés que les bandes de



-a-

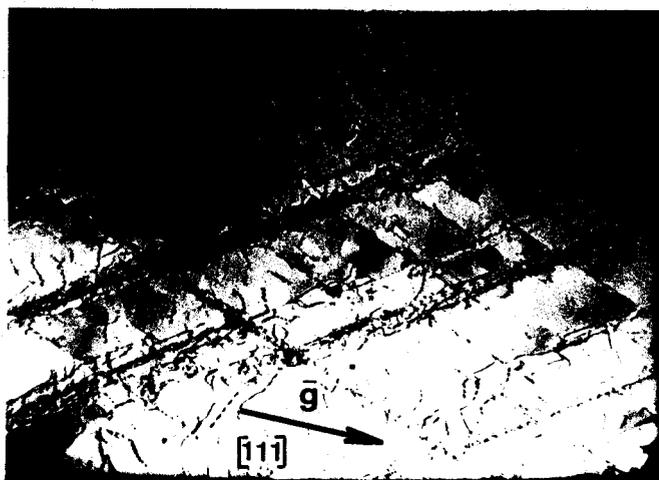


-b-

Planche III -2-1-1

Sous-structures de déformation dans l'acier E hypertrempé cyclé
à $\Delta\varepsilon_t = 2,5\ \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$

- a - après 5 cycles : Réseaux plans de dislocations
- b - après 150 cycles : Cellules de dislocations



1 μm



Planche III - 2-1-2

Déformation par bandes de glissement intenses
dans l'acier H hypertrempé,
cyclé 5 cycles à $\Delta\epsilon_t = 2 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$.



Planche III - 2 - 1 - 3

Déformation par bandes de glissement planaires
dans l'acier H hypereutecté,
cyclé 100 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$.

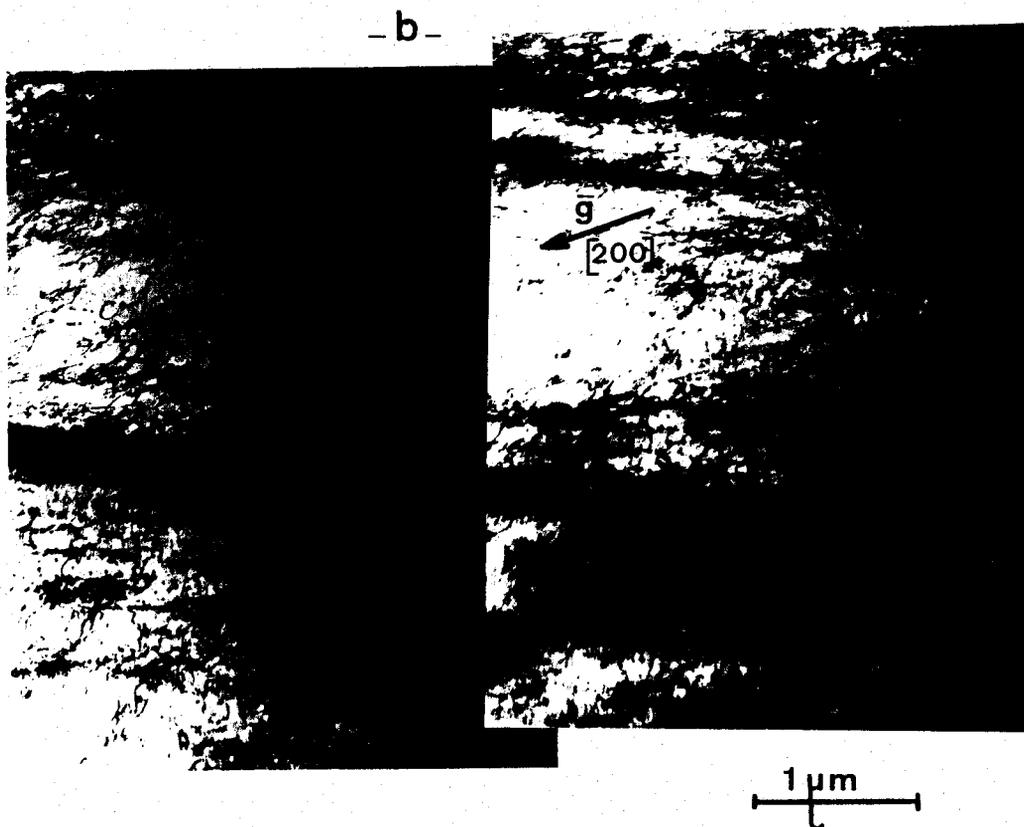
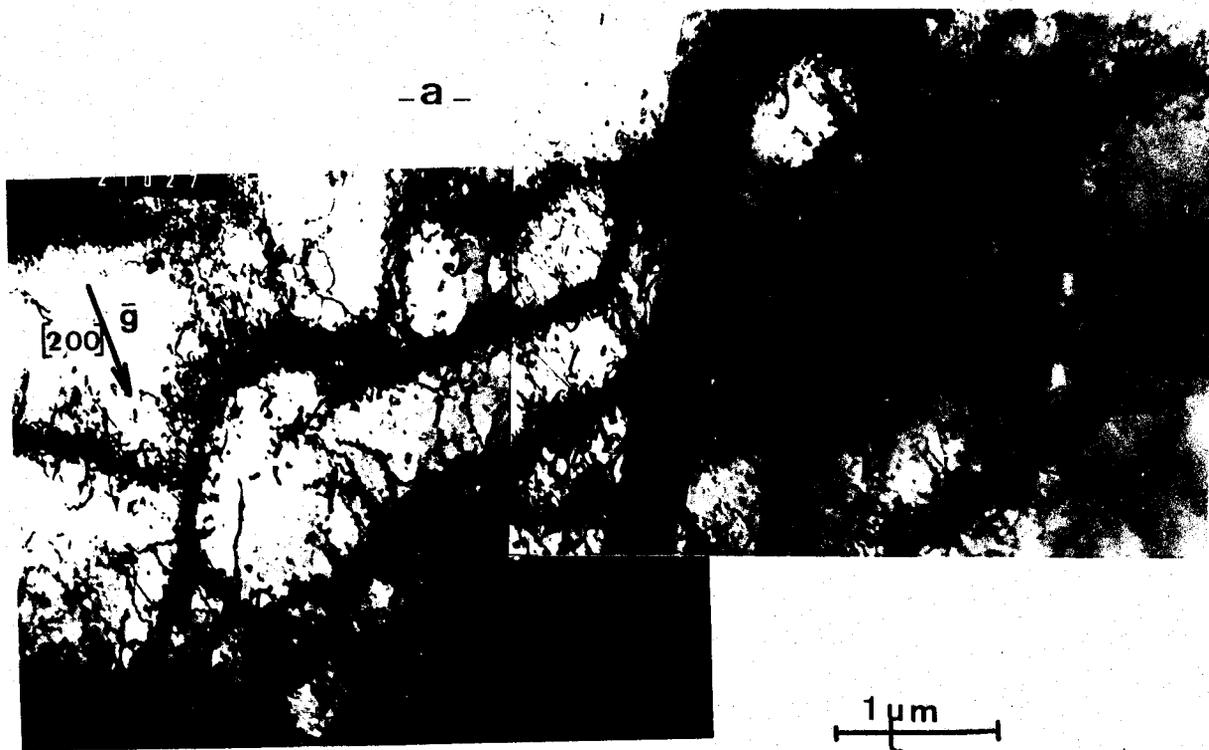
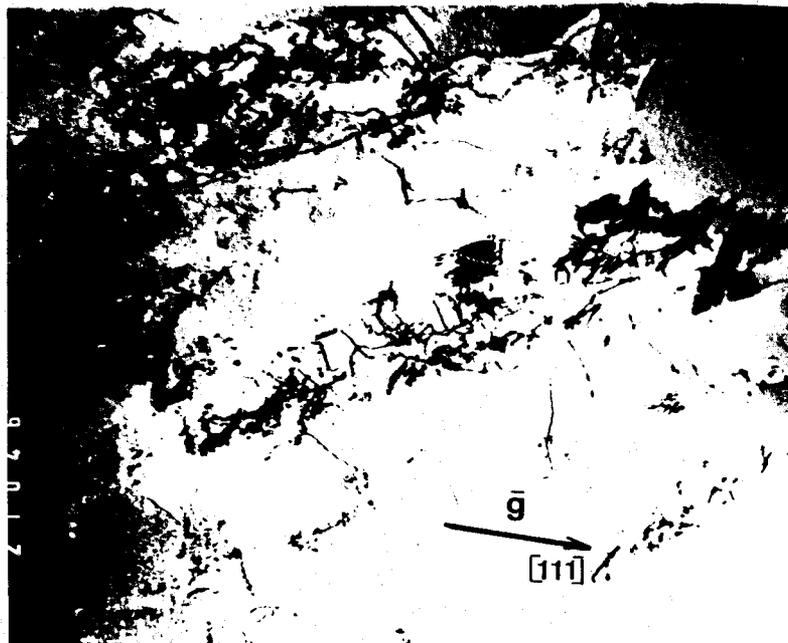


Planche III-2-1-4

Sous-structures de déformation dans l'acier H hypere trempé
cyclé à $\Delta \epsilon_t = 2,5 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture.

a - Cellules de dislocations (50 % des plages observées).

b - Bandes de glissement planaires (50 % des plages observées).



0,5 μm



Planche III-2-1-5

Fautes d'empilement dans l'acier H hypertrempé cyclé
à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture

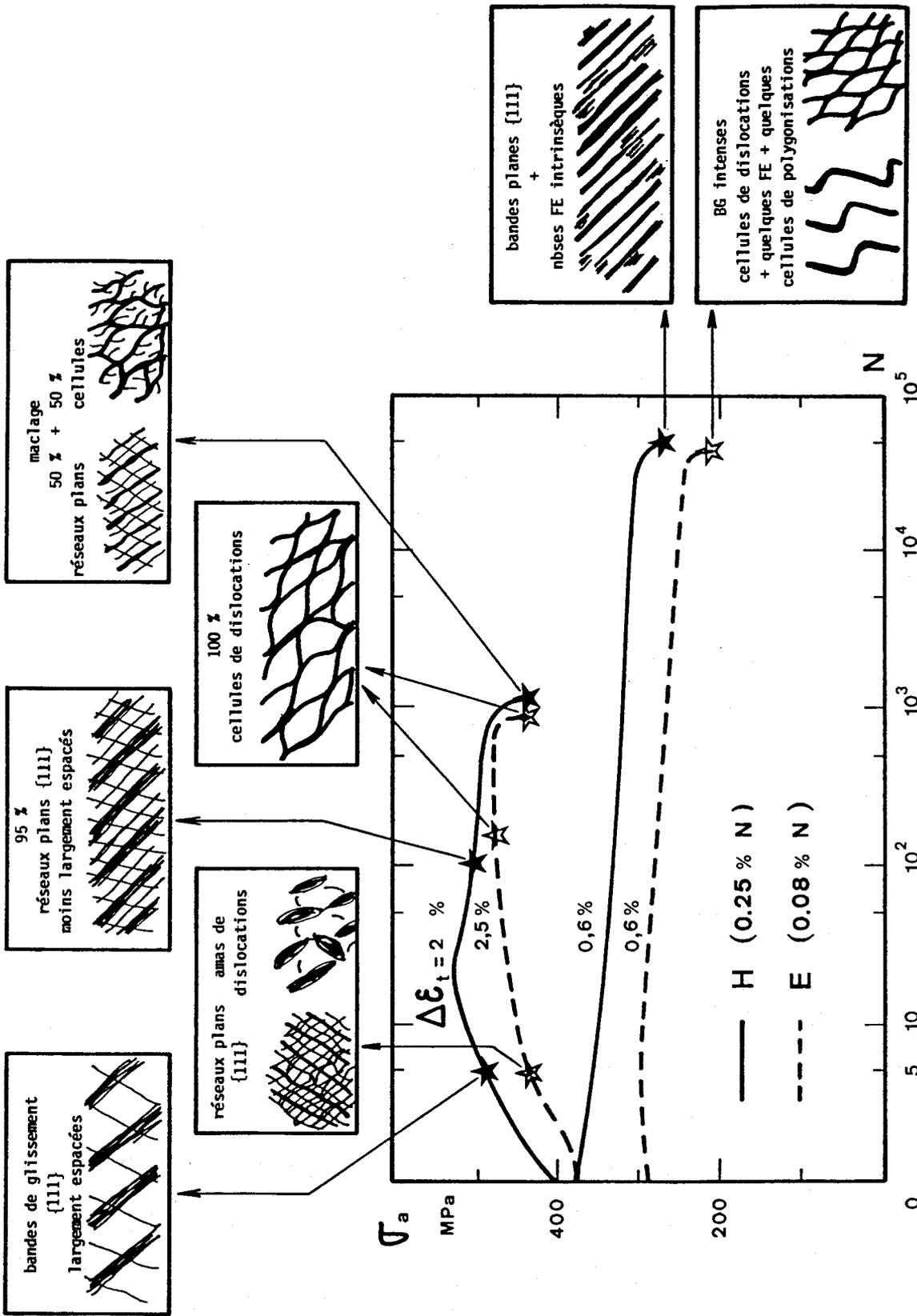


Figure III.2.21

Sous-structures des dislocations obtenues par fatigue oligocyclique à température ambiante, des aciers E et H hypotempés



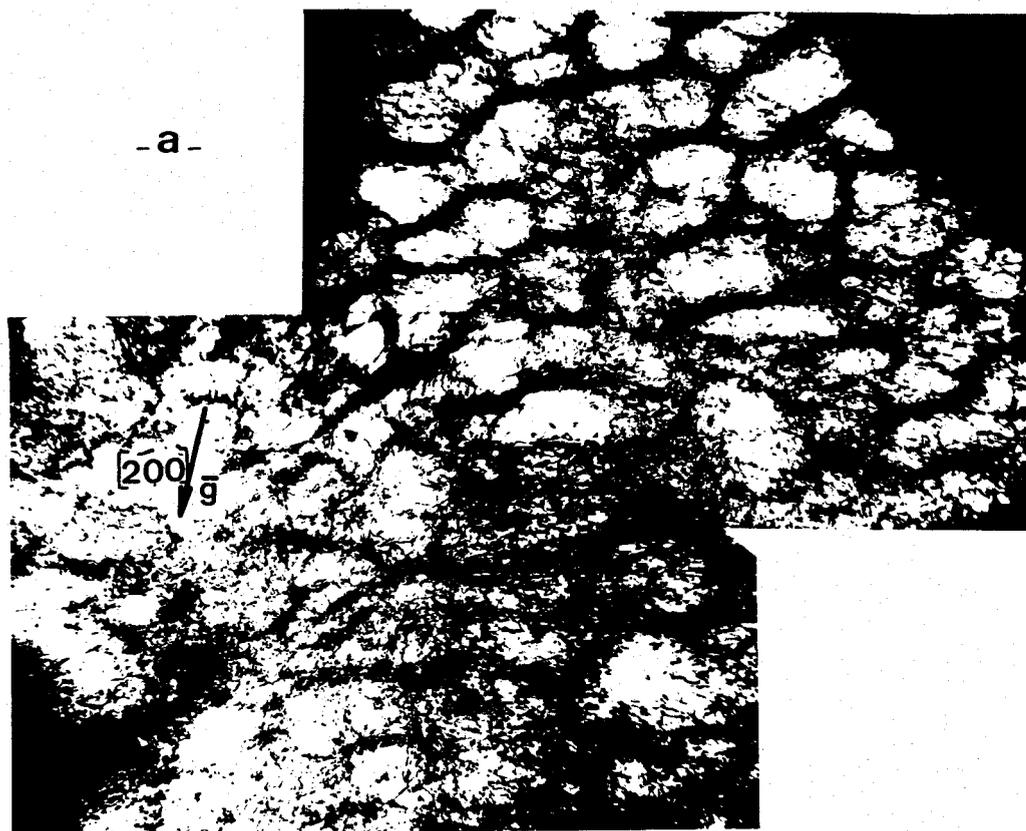
glissement intenses rencontrées dans l'acier H. On distingue des échevaux de dislocations dès 5 cycles, exclusivement dans l'acier E. Et contrairement à l'acier H, l'acier E montre une structure de dislocations à 95 % cellulaire, bien avant la rupture (dès 150 cycles), c'est-à-dire dès stabilisation de la contrainte. A rupture à bas niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,6 \%$), la structure cellulaire, bien qu'encore imparfaite, est déjà franchement ébauchée.

Les sous-structures de dislocations obtenues en fatigue à température ambiante sur les aciers E et H diffèrent donc essentiellement par le caractère très plan de la déformation observé jusqu'à rupture dans l'acier H (0,25 % N). Ce caractère plan s'oppose à la formation rapide d'une structure cellulaire (caractéristique de l'apparition du mode de glissement dévié) dans l'acier E (0,08 % N). Le caractère plan de la déformation des aciers inoxydables chargés en Azote a précédemment été discuté au paragraphe III.1.3. Namura et al. l'ont également observé en fatigue à température ambiante d'aciers 304 N et 310 SN [28], et Nilsson en fatigue à 600°C d'aciers 316 N [27]. Ce caractère plan, joint à l'existence de macles de déformation et de fautes d'empilement (cf figure III.2.21) confirme l'abaissement de l'énergie de faute d'empilement dû à l'Azote.

Sous-structures de dislocations dans les aciers E et H vieillis.

Dans le but d'expliquer l'effet d'une précipitation de l'Azote et du Carbone sur les modes de déformation cyclique des alliages étudiés, les sous-structures de dislocations ont été observées dans les aciers E et H vieillis 2 000 h et vieillis 10 000 h à 600°C, après rupture par fatigue oligocyclique à température ambiante sous $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$. Les configurations de dislocations sont alors comparées à celles observées dans les états hypereux.

Dans les deux aciers E et H, les configurations de dislocations à rupture ne sont que légèrement modifiées par le traitement préalable de vieillissement à 600°C. Les planches III.2.2 en présentent quelques photos caractéristiques.



1 μ m



Planche III - 2-2-1-a et b

Cellules de dislocations associées à la présence de précipités
 dans l'acier E vieilli 10 000 h à 600°C,
 cyclé à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$
 (95 % des plages observées)

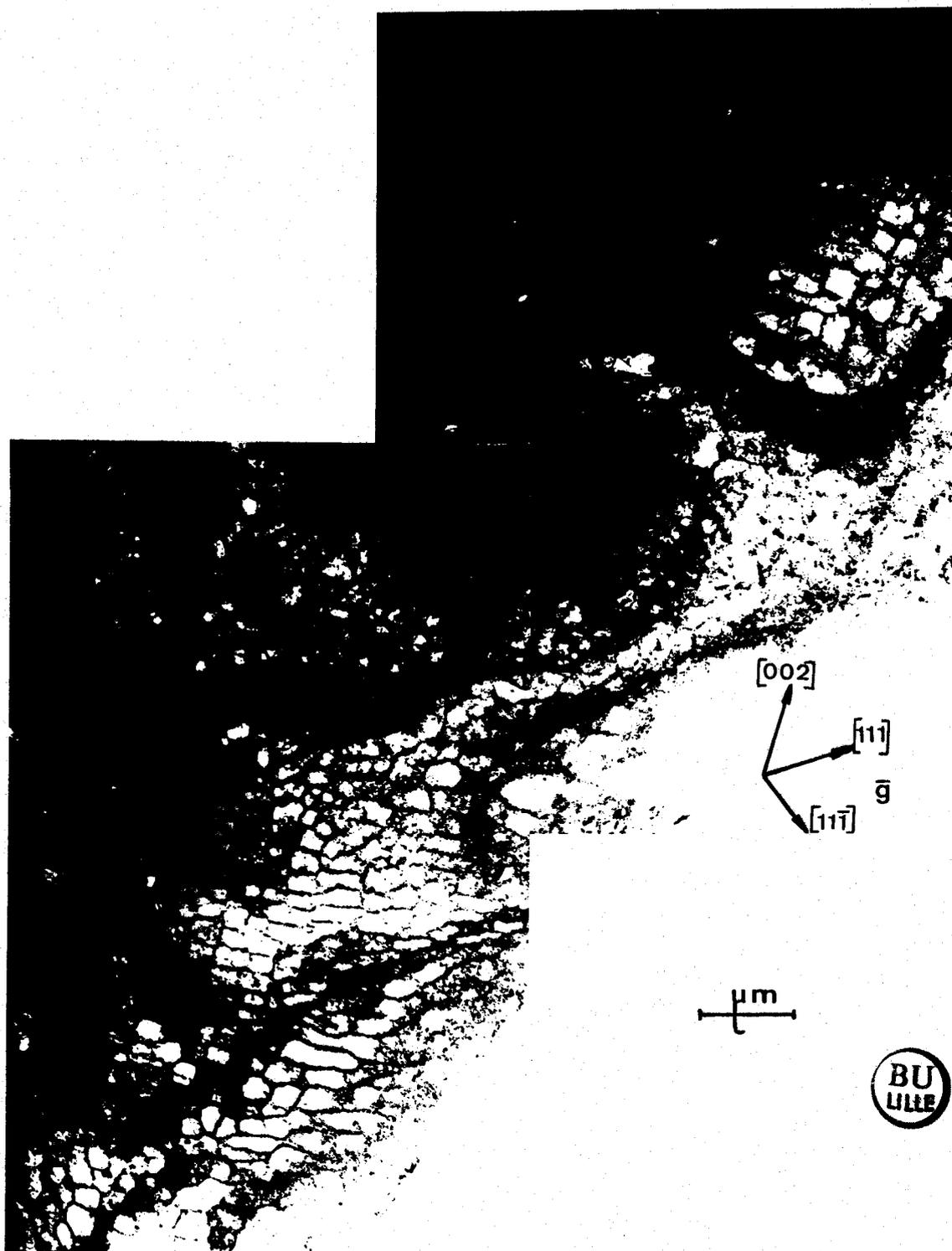


Planche III-2-2-1-c

Cellules de dislocations dans l'acier E vieilli 10 000 h à 600°C,
cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ et $T = 20^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture



1 μ m



Planche III - 2 - 2 - 2

Déformation par bandes de glissement planaires dans l'acier H
vieilli 2000 h à 600°C, cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$

1 μm

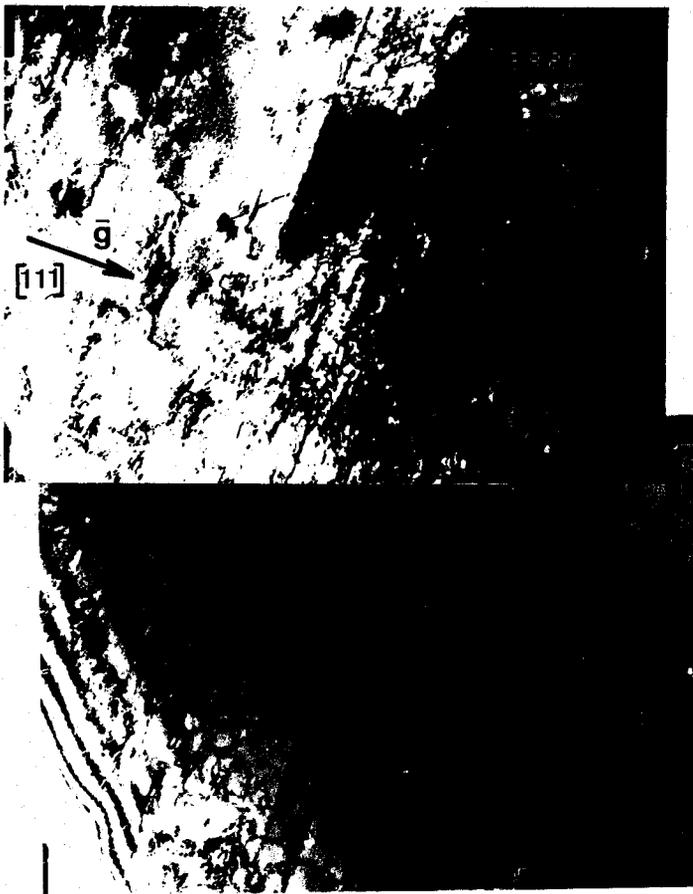
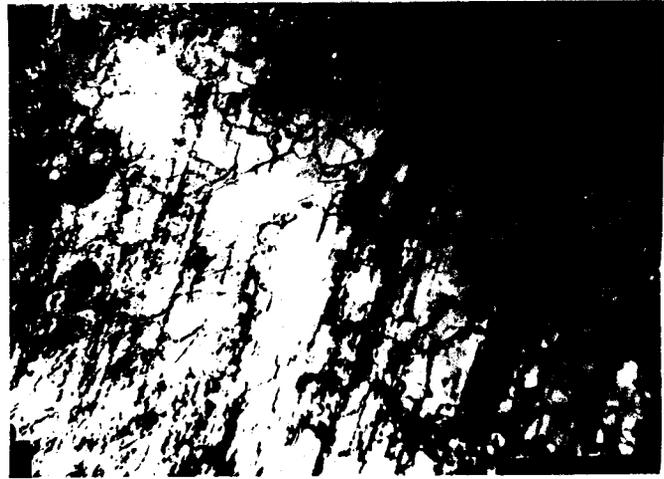


Planche III-2-2-3

Sous-structures de déformation dans l'acier H vieilli 10 000 h
à 600°C, cyclé à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture
Déformation par bandes de glissement planaires
(50 % des plages observées)

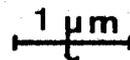


Planche III-2-2-4

Sous-structures de déformation dans l'acier H vieilli 10 000 h
à 600°C, cyclé à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ et $T = 20^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture
Déformation par écheveaux et cellules associés
à la présence de précipités
(50 % des plages observées)

L'acier E montre une structure cellulaire dans quasiment 100 % des plages observées, dans l'état vieilli 2 000 h comme dans l'état hyperefflué. Dans l'échantillon vieilli 10 000 h, les structures cellulaires sont encore largement prédominantes (≈ 90 % des plages observées) ; des écheveaux couvrent les autres plages (≈ 10 %). Dans l'état hyperefflué comme dans les états vieillis, le coeur des cellules est rarement exempt de dislocations.

A la différence de l'acier E, quelque soit le traitement de vieillissement subi par l'acier H, la déformation reste fortement planaire et couvre environ 50 % des plages observées. Les autres 50 % présentent des cellules dont les parois sont chevelues. Plus le temps de vieillissement augmente, plus les réseaux plans contiennent d'amas de dislocations et moins les cellules de dislocations sont parfaitement fermées ; des écheveaux chevelus composent leurs parois. A même durée de vieillissement, et bien que la déformation plastique cumulée soit nettement plus élevée dans l'acier H que dans l'acier E, la formation des structures habituelles en fatigue (cellules, murs, écheveaux) est beaucoup plus avancée dans l'acier E que dans l'acier H.

Dans l'acier H comme dans l'acier E, les précipités intragranulaires ancrent souvent les parois cellulaires et écheveaux de dislocations. Ceci témoigne de fortes interactions précipités - parois. De plus la présence d'amas de dislocations en forme de pelotes autour des précipités, indique que les précipités sont franchis par contournement et justifie le calcul d'un durcissement par mécanisme d'Orowan, effectué au § III.1.1. Néanmoins la précipitation matricielle ne semble pas jouer un rôle essentiel dans le mode de déformation plastique cyclique de ces alliages.

III.2.1.4. Analyse des faciès de rupture en microscopie électronique à balayage.

Cette analyse a pour but d'étudier l'influence de la teneur en Azote et du vieillissement préalable, d'une part sur la morphologie des faciès de rupture en fatigue oligocyclique à 20°C, d'autre part sur les cinétiques de propagation des fissures obtenues par mesures d'interstries.

III.2.1.4.a. Morphologie des cassures par fatigue.

Des faciès de rupture en fatigue oligocyclique à température ambiante ont été observés à la loupe binoculaire puis au microscope électronique à balayage (MEB). La morphologie générale d'un faciès est décrite schématiquement sur la figure III.2.22.

La comparaison des faciès macroscopiques de rupture (planche III.2.2) aux différents niveaux de déformation montre peu d'évolution en fonction de la teneur en Azote, mais une évolution notable en fonction du temps de vieillissement. Dans les aciers hypereutectés, pour une même variation de déformation imposée, le rapport de l'aire du faciès de rupture par fatigue à l'aire de la section droite ne dépend pas de la teneur en Azote ; pour une déformation imposée $\Delta\epsilon_t$ inférieure ou égale à 1,6 %, la fissure de fatigue se propage à travers quasiment toute l'éprouvette. En revanche la portion de faciès rompue en fatigue diminue légèrement quand le niveau de déformation augmente au delà de 1,6 % et quand le temps de vieillissement augmente. Dans tous les cas les fissures de fatigue se propagent dans un plan perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette, tandis que la zone de rupture finale en traction, qui peut être très réduite à bas niveau de déformation imposée, présente une forte ductilité.

L'analyse au microscope électronique à balayage montre que tous les faciès de rupture en fatigue présentent une ou plusieurs zones d'amorçage en surface, et la propagation d'une ou deux fissures principales (rarement plus) par stries de fatigue transgranulaires, quels que soient la teneur en Azote et le traitement thermique initial. Pour la nuance G on observe la présence de plans de rupture internes parallèles à l'axe de traction, sans doute attribuables à des défauts préexistants liés aux conditions d'élaboration et de transformation, particulières à ce métal. Ceci est sans doute à l'origine de la réduction de durée de vie observée sur cet acier. Dans les zones rompues en fatigue des aciers E et H vieillis, on distingue des

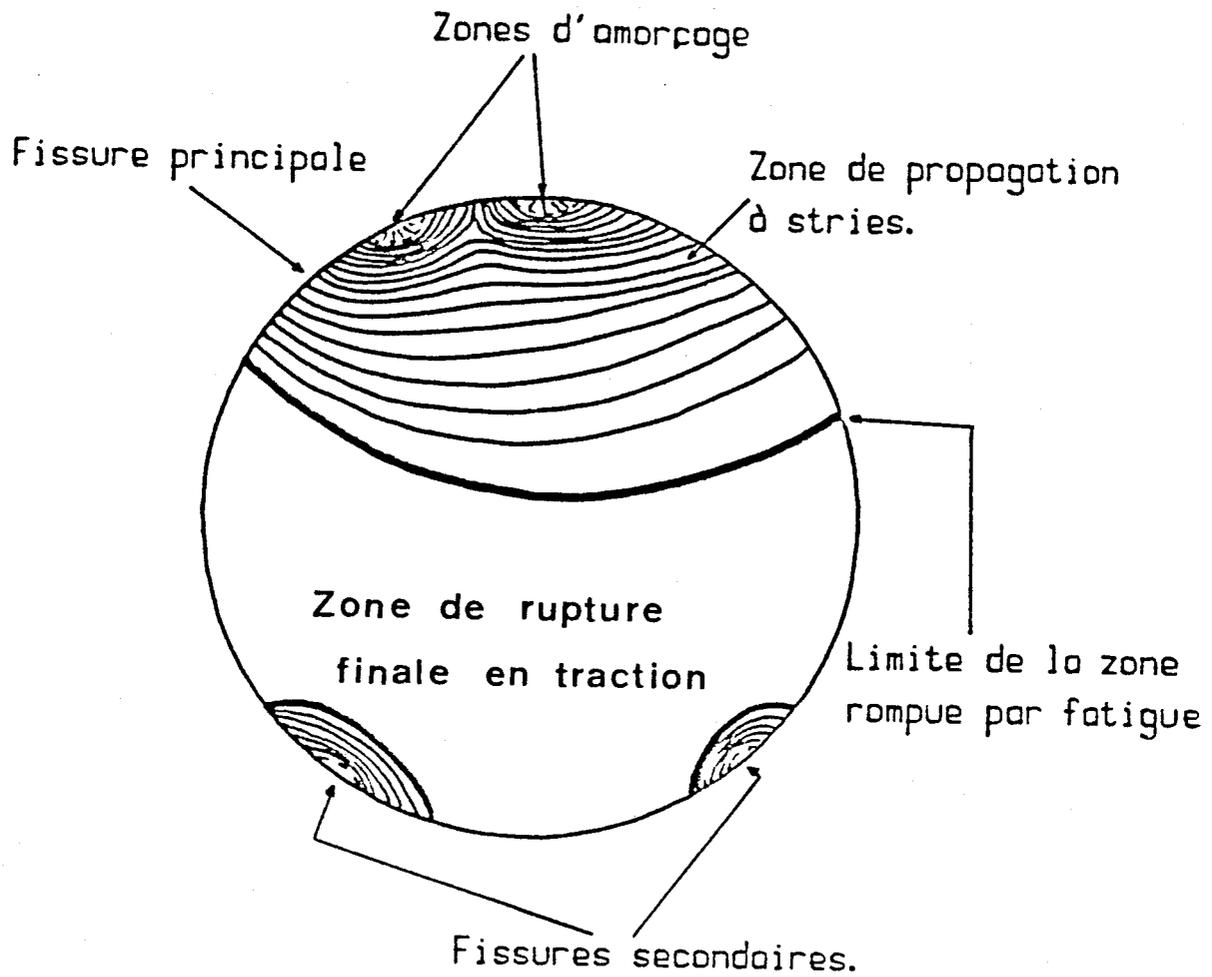
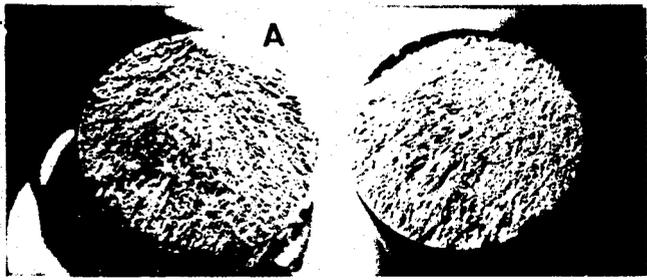
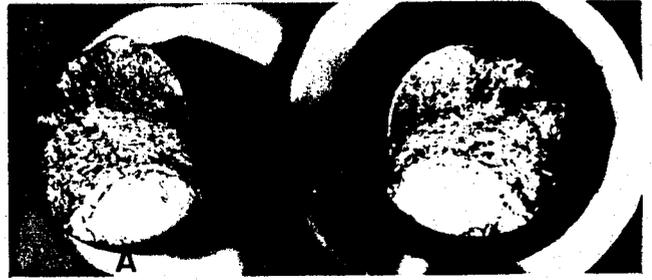


Figure III.2.22
Schéma des différentes zones de la surface de rupture d'une éprouvette rompue par fatigue



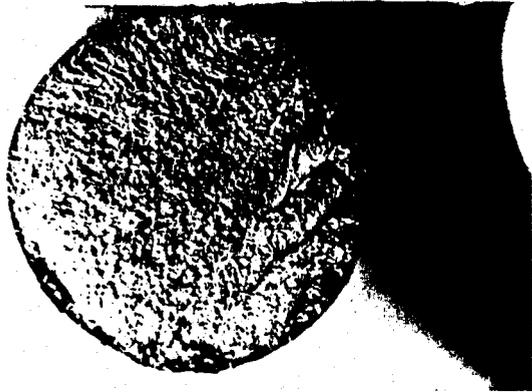
Acier A

$\Delta \epsilon_t : 0,8 \%$



Acier A

$\Delta \epsilon_t : 2,5 \%$



Acier F

$\Delta \epsilon_t : 1 \%$



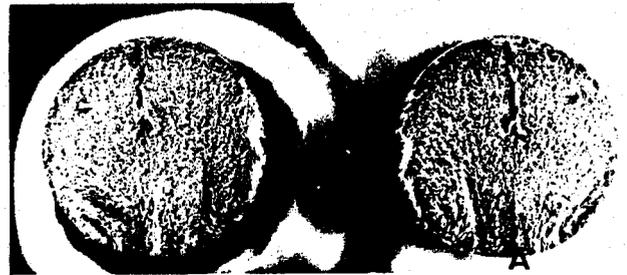
Acier F

$\Delta \epsilon_t : 2,5 \%$



Acier E

$\Delta \epsilon_t : 0,8 \%$



Acier E

$\Delta \epsilon_t : 1 \%$



Acier E

$\Delta \epsilon_t : 1,6 \%$



Acier E

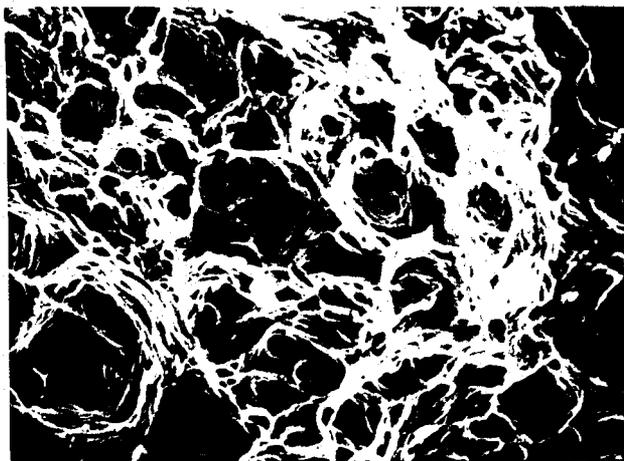
$\Delta \epsilon_t : 2 \%$



A → zone d'amorçage

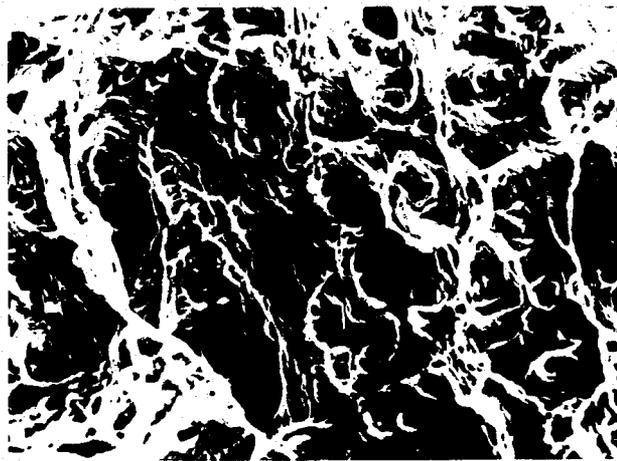
Planche III - 2 - 2

Aspect macroscopique des facies de rupture



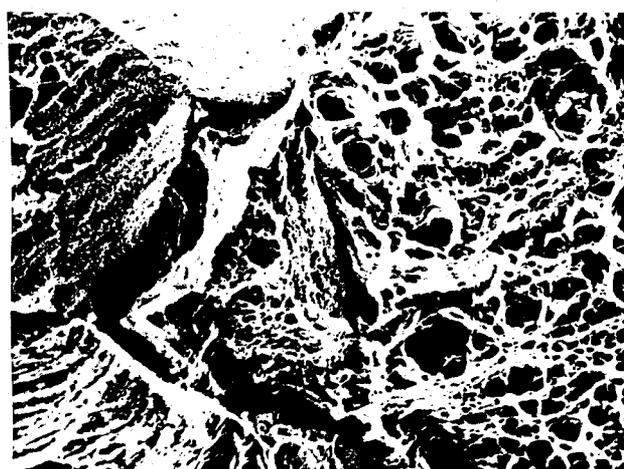
E-HT

25μm



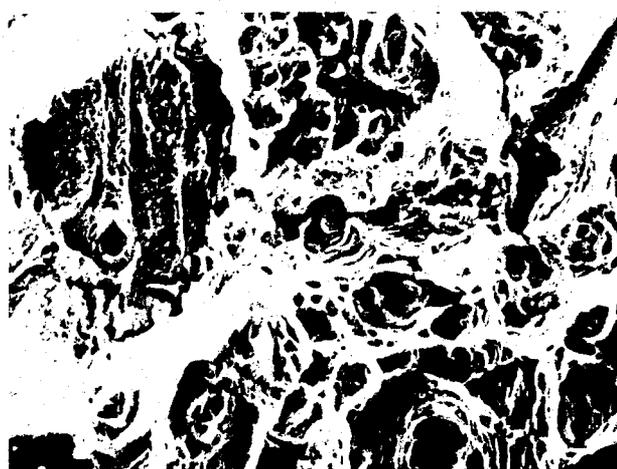
H-HT

25μm



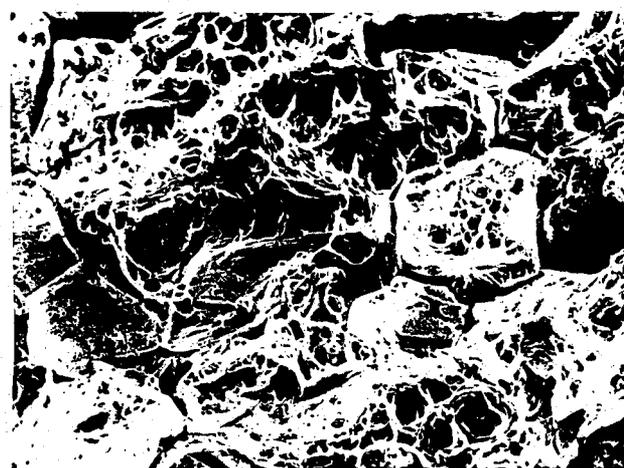
E-V

25μm



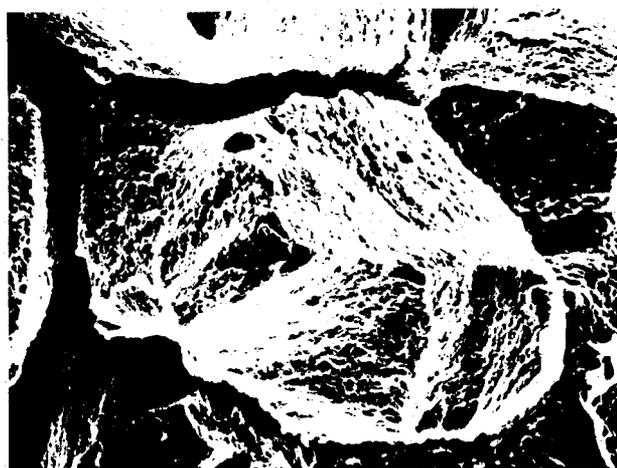
H-V

25μm



E-VV

100μm



H-VV

25 μm

BU
LILLE

Planche III-2-3- 20°C - $\Delta \epsilon_t = 2.5\%$

Faciès de rupture en fatigue oligocyclique

zones rompues en traction

décohésions intergranulaires dans des plans d'orientation quelconque par rapport à l'axe, décohésions qui semblent très peu influencer le mode de propagation transgranulaire des fissures.

En revanche l'analyse au MEB de faciès de rupture finale en traction montre une forte évolution avec le temps de vieillissement. Tous les aciers hypere trempés y présentent un faciès de rupture transgranulaire ductile à cupules, avec très forte striction en surface. Dans les aciers E et H vieillis, ces faciès prennent un caractère intergranulaire d'autant plus marqué que la durée du vieillissement augmente. La figure III.2.23 présente une estimation grossière des pourcentages de rupture intergranulaire évalués dans ces zones rompues en traction. La planche III.2.3. donne des photos de faciès caractéristiques obtenus au MEB.

III.2.1.4.b. Vitesses de fissuration obtenues par mesures d'interstries.

La durée de vie d'une structure ou d'une éprouvette comporte une phase d'initiation des fissures et une phase de propagation d'une ou plusieurs fissures macroscopiques. La phase de propagation couvre une portion de la durée de vie d'autant plus grande que le niveau de déformation imposé est élevé (figure III.2.24).

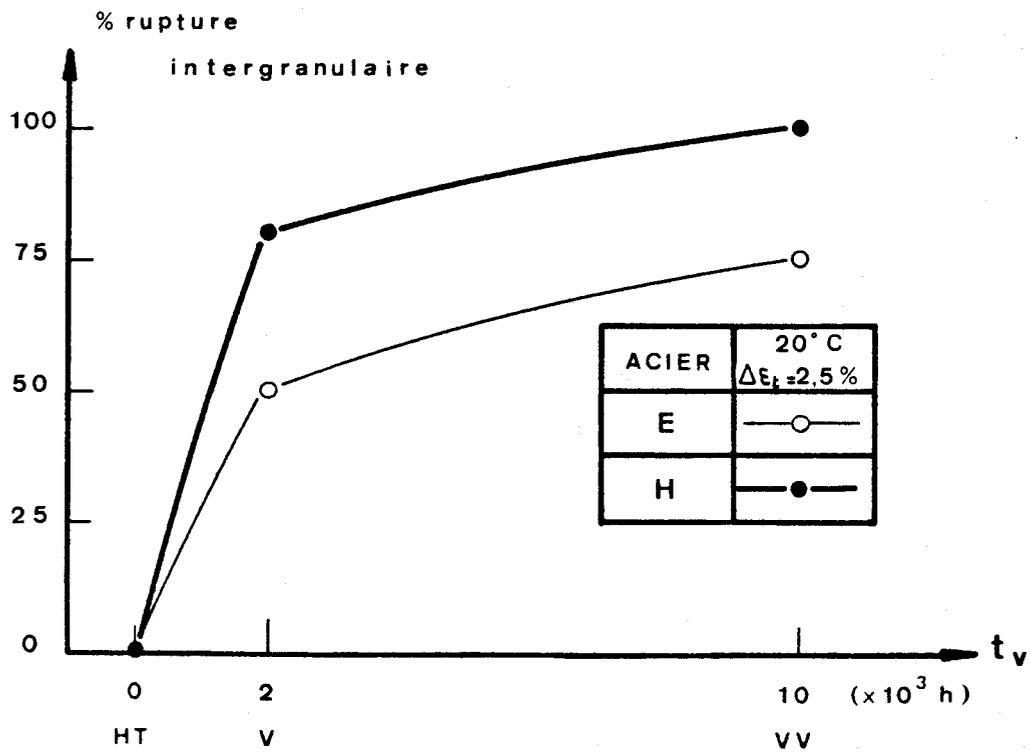


Figure III.2.23

Estimation du pourcentage de rupture intergranulaire
sur les faciès de rupture finale en traction
d'éprouvettes fatiguées à 20°C,
en fonction du traitement thermique initial

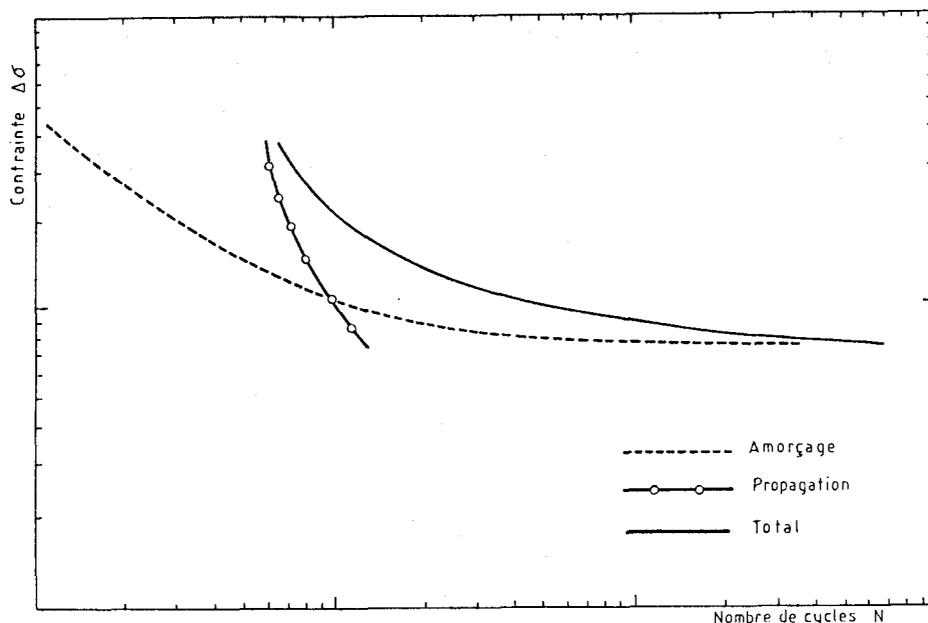


Figure III.2.24 (d'après [54])
Courbe schématique "Contrainte - Nombre de cycles"
donnant les durées d'amorçage et de propagation

Nous avons montré jusqu'ici que la durée de vie des aciers 316 L est accrue par addition d'Azote interstitiel ; nous avons attribué ce gain de résistance à la fatigue à la promotion du caractère plan de la déformation plastique cyclique induite par la présence d'Azote. Mais nous n'avons pas élucidé le problème de savoir si ce gain est dû à un retard à l'amorçage ou à une moindre vitesse de propagation. Des résultats épars de la littérature semblent prouver que les deux phases sont allongées par un mouvement plus plan des dislocations [27, 55, 56, 57, 58]. Nous avons tenté pour notre part de mesurer les vitesses de fissuration à partir de la mesure des interstries observables sur les faciès d'éprouvettes rompues en fatigue et d'en déduire par intégration, la proportion de durée de vie couverte par la période de propagation, et par différence, celle couverte par la période d'amorçage. Notons pourtant que, n'ayant pas prévu au départ d'effectuer de telles observations, nous

avons mené tous nos essais de fatigue jusqu'à rupture complète des éprouvettes. Il s'en est suivi un léger matage, qui nous masque en particulier la morphologie de l'amorçage des fissures, et les premières stries. Et surtout l'arrêt de l'essai en cours de propagation nécessite un détecteur de pics dont nous ne disposons pas.

Afin d'étudier l'influence de la teneur en Azote interstitiel et celle du vieillissement préalable à 600°C, sur les vitesses de propagation de fissures à 20°C, nous avons analysé au microscope électronique à balayage les zones striées des éprouvettes correspondant aux essais à 20°C désignés dans le tableau III.2.4. Nous avons doublé certaines mesures (2 éprouvettes examinées pour un même niveau de déformation) afin d'en vérifier la reproductibilité. Les concordances furent concluantes.

Acier	E			H		
	HT	V	VV	HT	V	VV
$\Delta\epsilon_t = 1 \%$	<u>8</u> , 6	8	<u>1</u> , 2	6 , <u>8</u>	<u>1</u> , 3	<u>2</u> , 1
$\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$	4	5	8	12	4	8

Tableau III.2.4.

Numéros des essais (cf tableau II.4.3)

examinés au MEB pour les mesures de vitesses de fissuration par mesures d'interstries.

Les résultats rapportés sur la figure III.2.25 sont ceux soulignés.

Laird et al. [59] ont montré qu'une strie représente l'avancée de la fissure correspondant à un cycle. Aussi la mesure de

l'interstrie (i) sur les surfaces de rupture, en fonction de sa profondeur (a) par rapport au point d'amorçage de la fissure, dans la direction radiale, permet d'étudier la cinétique de propagation de la fissure, en assimilant l'interstrie (i) à l'avancée de la fissure par cycle $\frac{da}{dN}$ ($\mu\text{m}/\text{cycle}$).

Les mesures d'interstries sont effectuées sur des planches photographiques obtenues au MEB. La fissure principale est repérée visuellement sur l'écran cathodique, à faible grossissement. La zone d'amorçage est alors détectée et l'éprouvette orientée de telle sorte que l'axe de la fissure soit situé horizontalement ou verticalement, afin de faciliter le cheminement des prises de vue le long de l'axe de propagation. Les grossissements utilisés vont de 3000 à 300, choisis de façon à ce que les stries soient bien visibles. Le déplacement de l'échantillon est relevé au micromètre et permet de repérer la profondeur de la zone photographiée par rapport à la zone d'amorçage. Sur chaque photo, on décèle en général plusieurs plages de stries. L'interstrie i est calculée en comptant un nombre N de stries successives ($5 \leq N \leq 20$) et en mesurant la distance correspondante d parcourue par le front de fissure : $i = \frac{d}{N}$. Les résultats obtenus apparaissent en diagramme $\text{Log } \frac{da}{dN} - \text{Log } a$ sur les figures III. 2.25 à 30.

Les remarques suivantes peuvent être faites :

- Les premières stries sont visibles à beaucoup plus courtes distances de l'amorçage sur les éprouvettes cyclées à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$ que sur celles cyclées à $\Delta\varepsilon_t = 1 \%$ (à $a \approx 0,07 \text{ mm}$ et $a \approx 0,3 \text{ mm}$ respectivement). Ces distances minimales ne sont pas négligeables. Elles s'expliquent en partie par le matage signalé précédemment, et par la légère oxydation visible à l'amorçage, d'autant plus intense que la durée de vie est élevée, donc que $\Delta\varepsilon_t$ est faible.
- Dans certains cas, en deçà d'une profondeur critique a_c , l'interstrie i garde une valeur constante. Ceci est particulièrement visible pour l'acier E dans les états HT et V. La profon-

Figure III.2.25

Vitesses de fissuration obtenues par mesures d'interstries en fonction de la profondeur de fissure pour l'acier E cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 1\%$, à $T = 20^\circ\text{C}$

Figure III.2.25.a

Acier E - HT

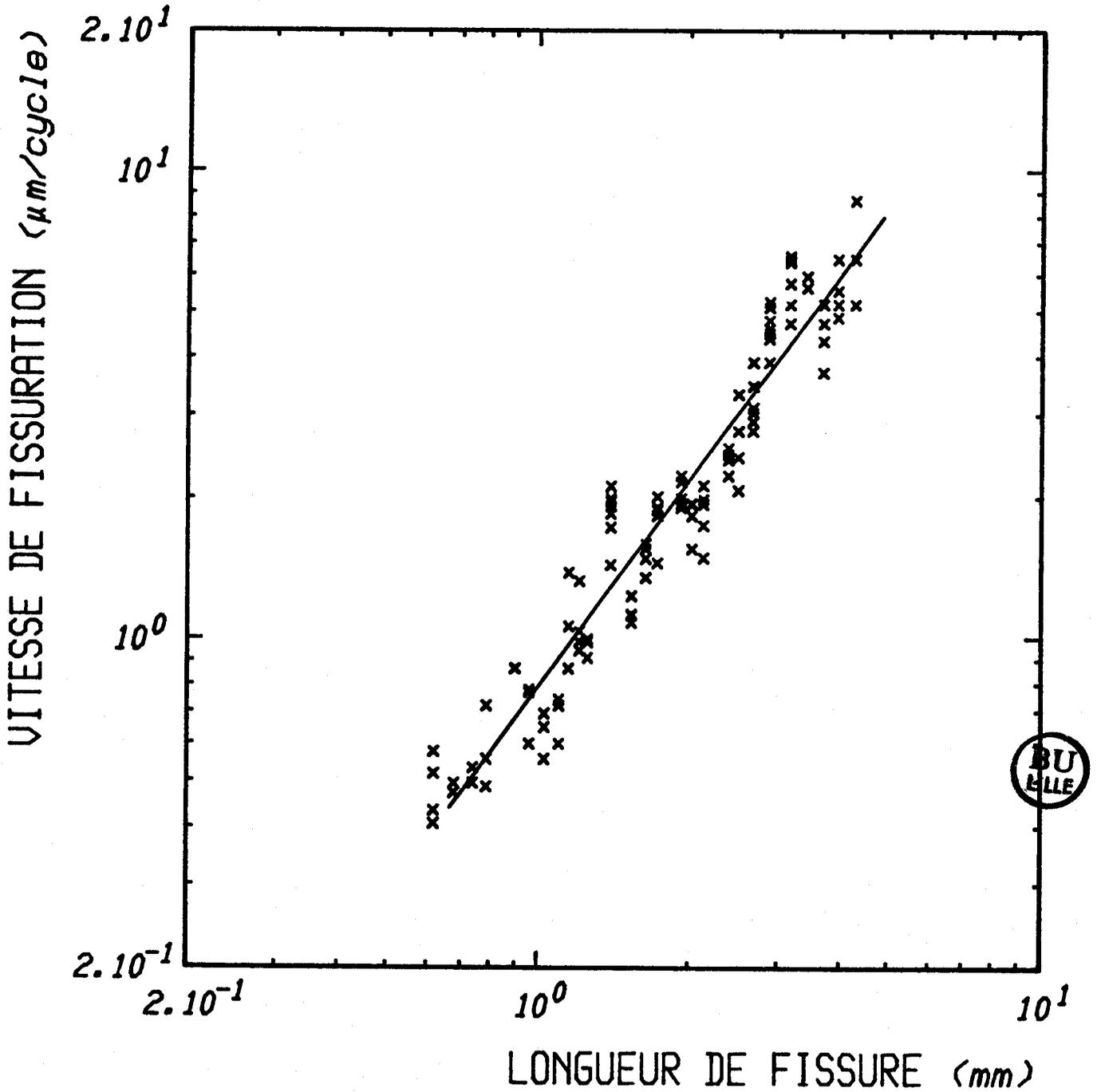


Figure III.2.25.b

Acier E - V

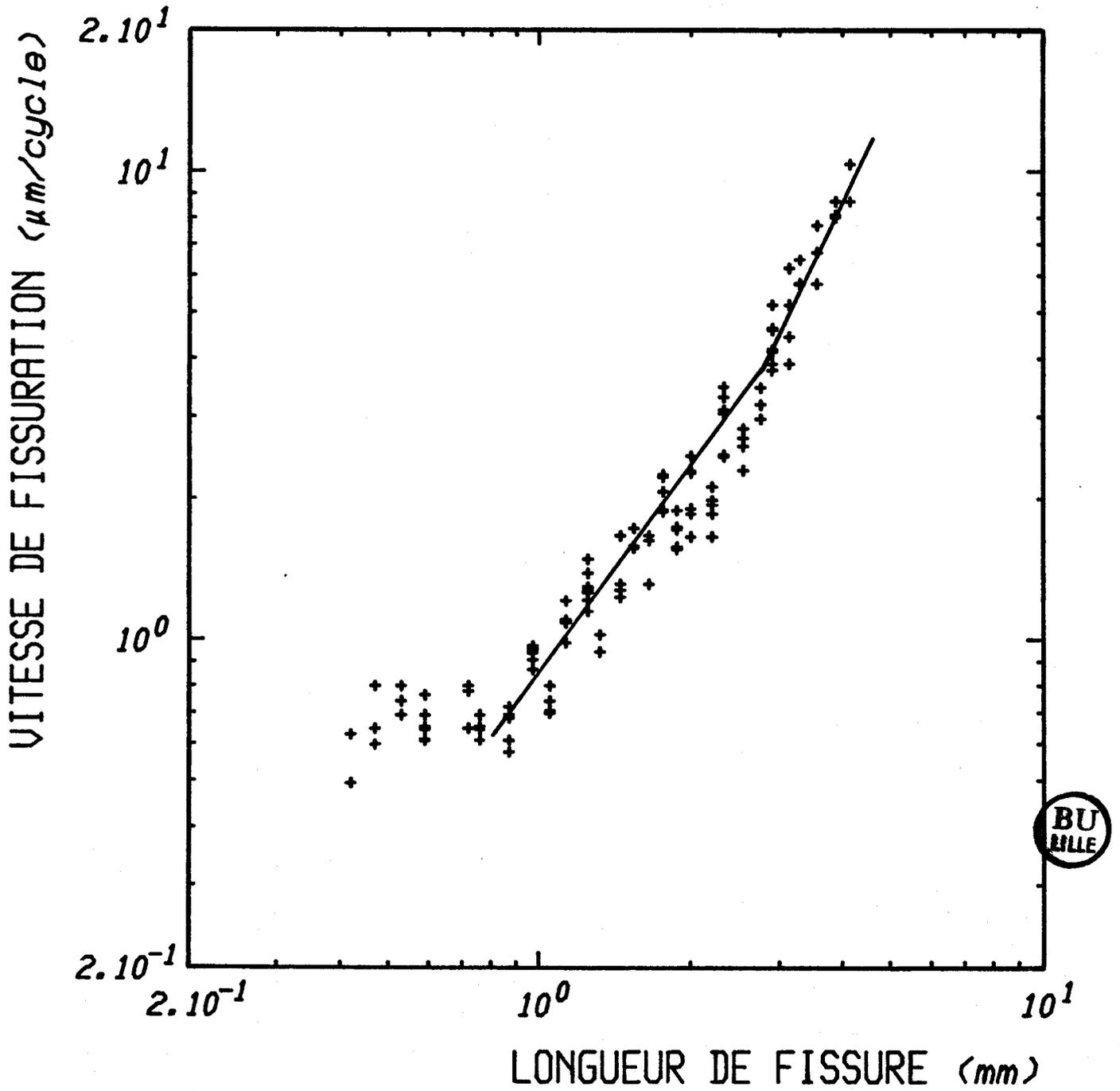


Figure III.2.25.c
Acier E - VV

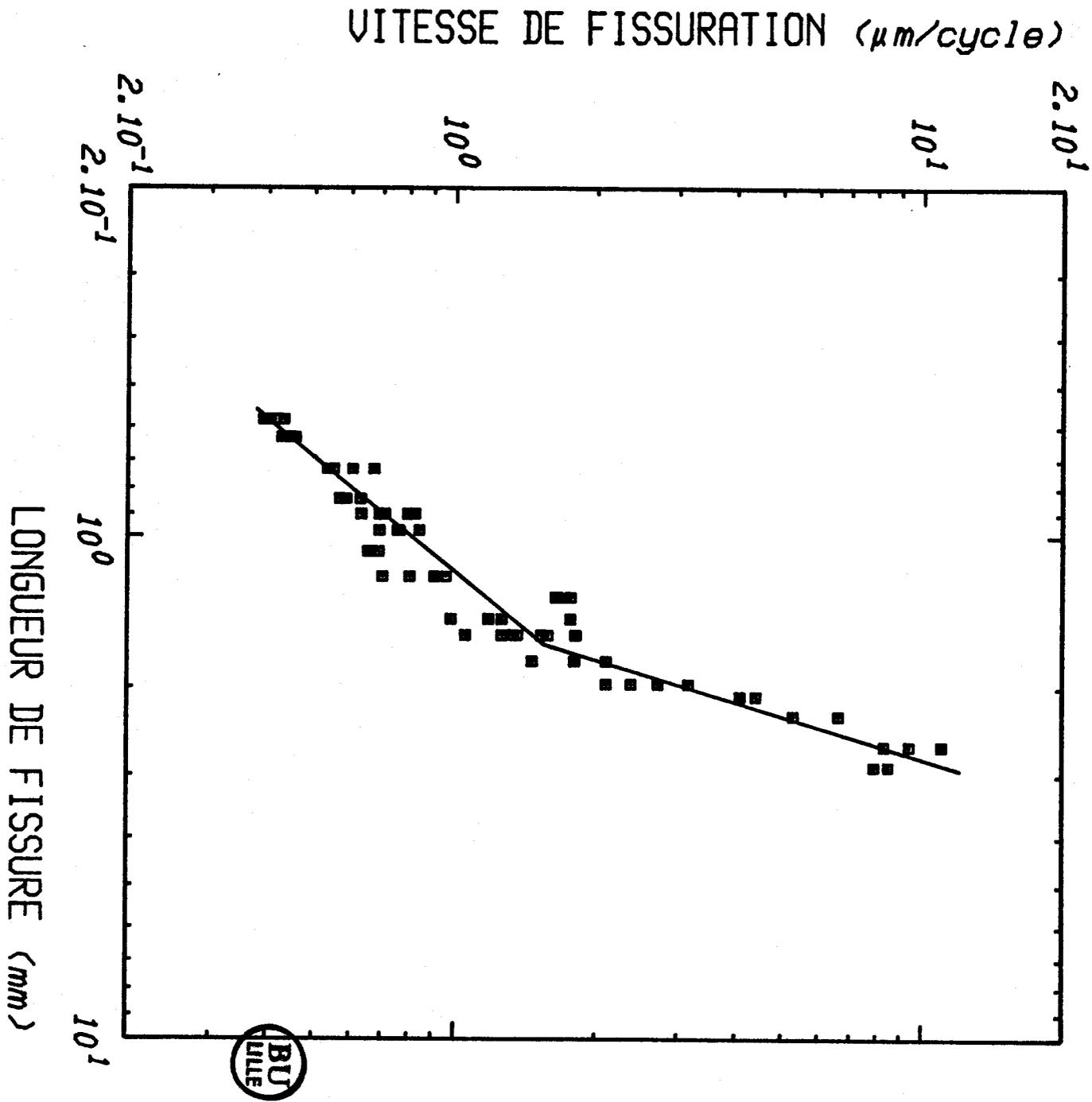


Figure III.2.26.b

Acier E - V

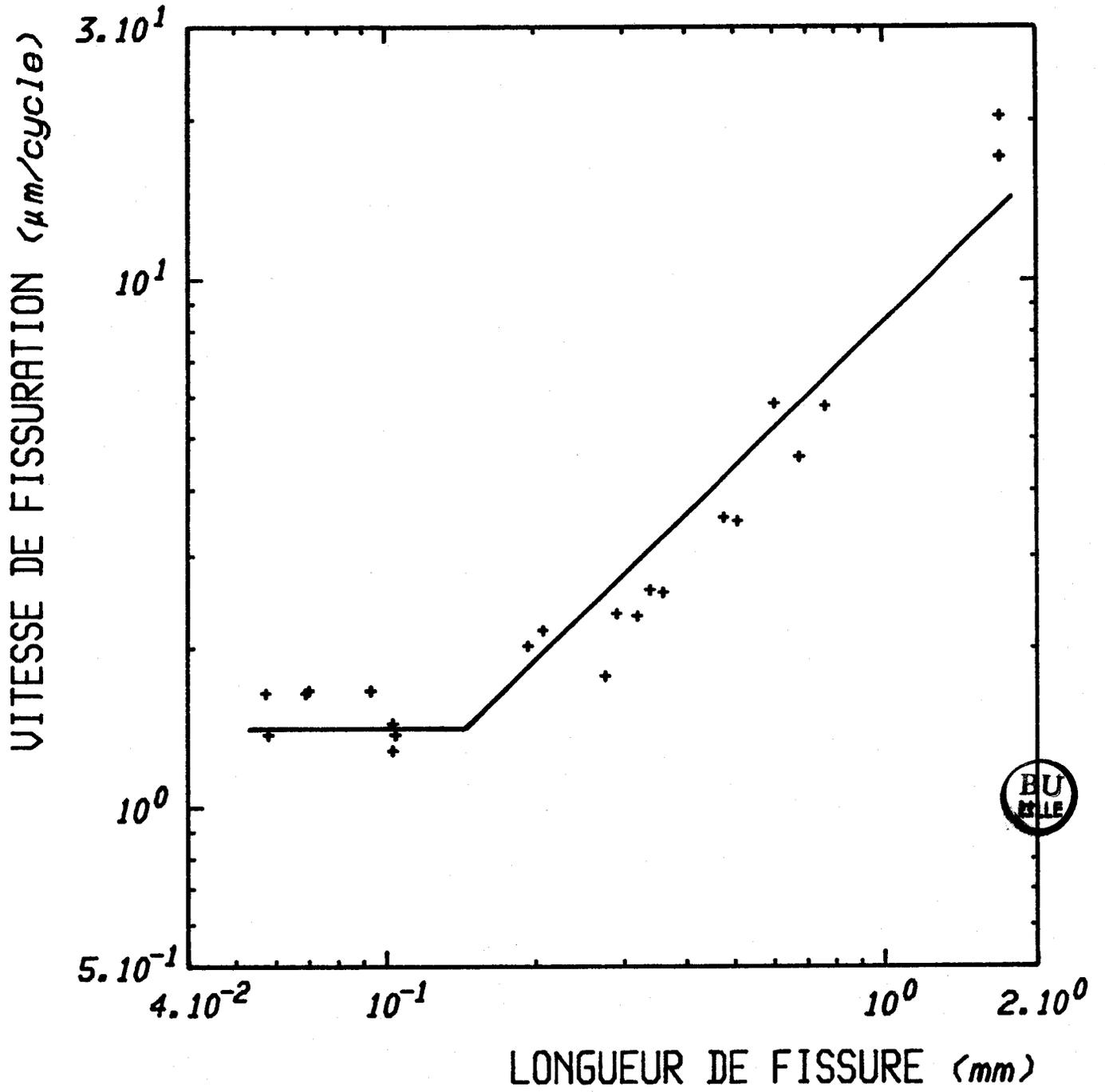


Figure III.2.26.c

Acier E - VV

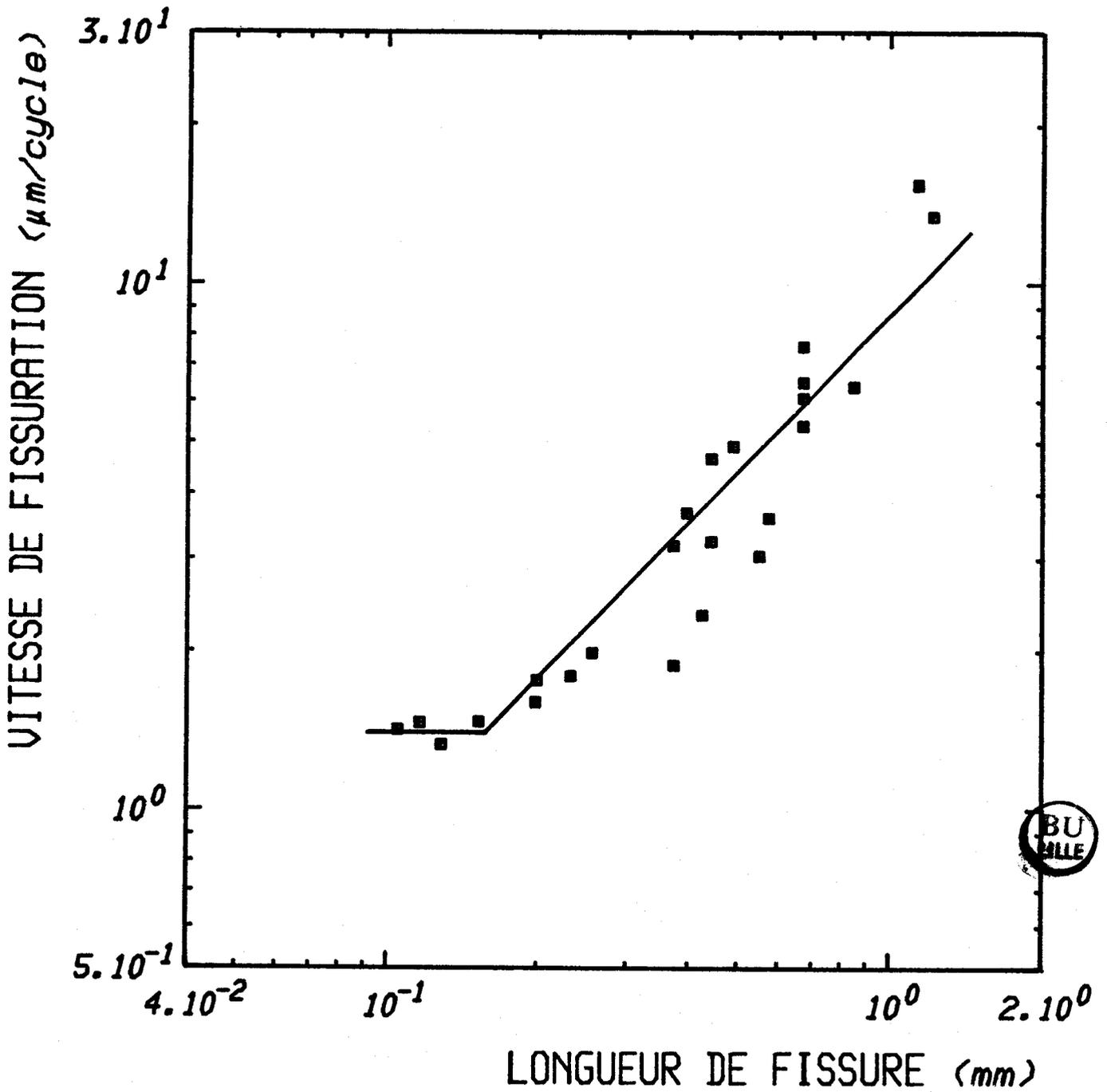


Figure III.2.27
Droites de fissuration $\frac{da}{dN} = Aa^\alpha$ obtenues
par régression linéaire, pour l'acier E à 20°C

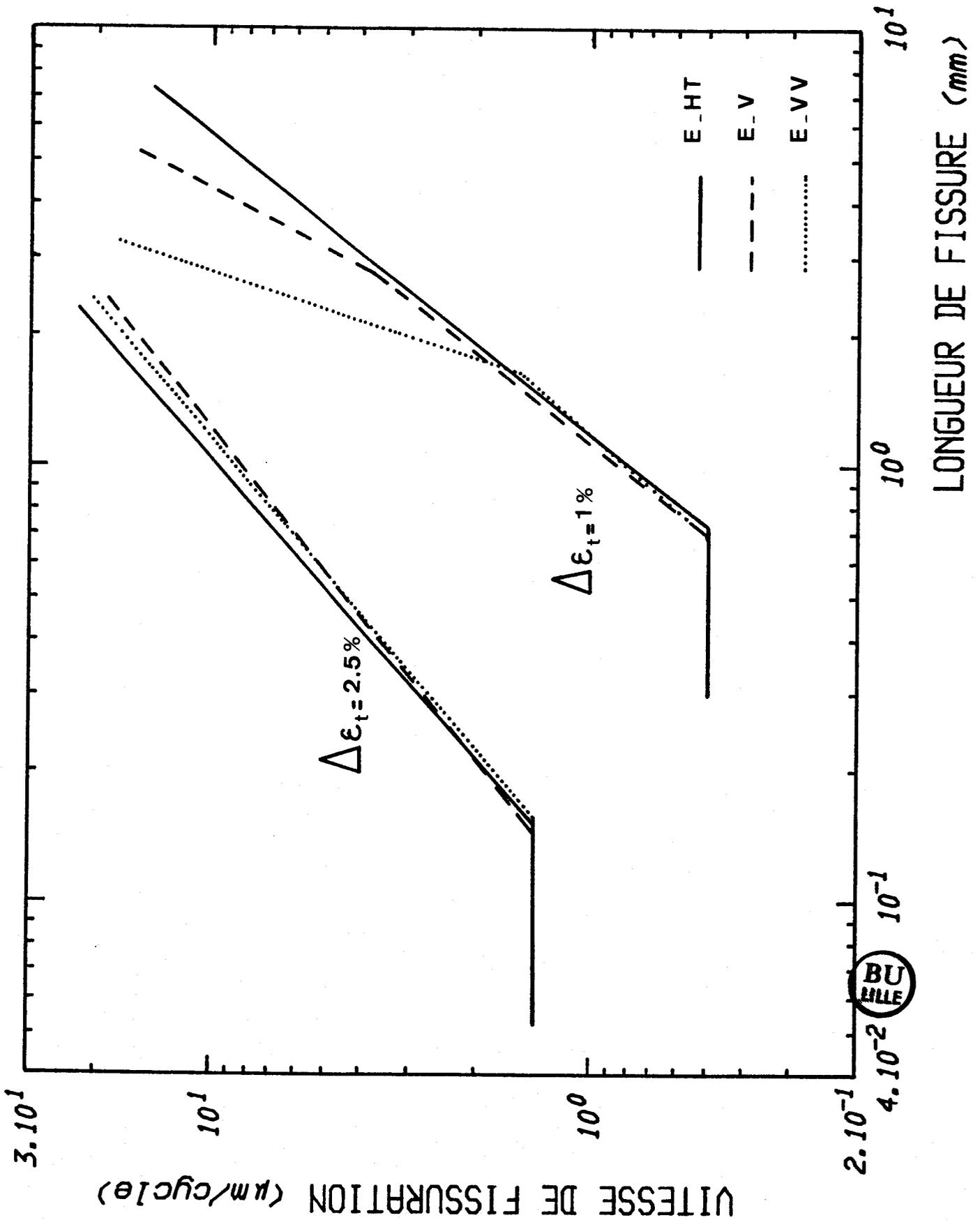


Figure III.2.28

Vitesses de fissuration obtenues par mesures d'interstries en fonction de la profondeur de fissure, pour l'acier H cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 1\%$, à $T = 20^\circ\text{C}$

Figure III.2.28.a

Acier H - HT

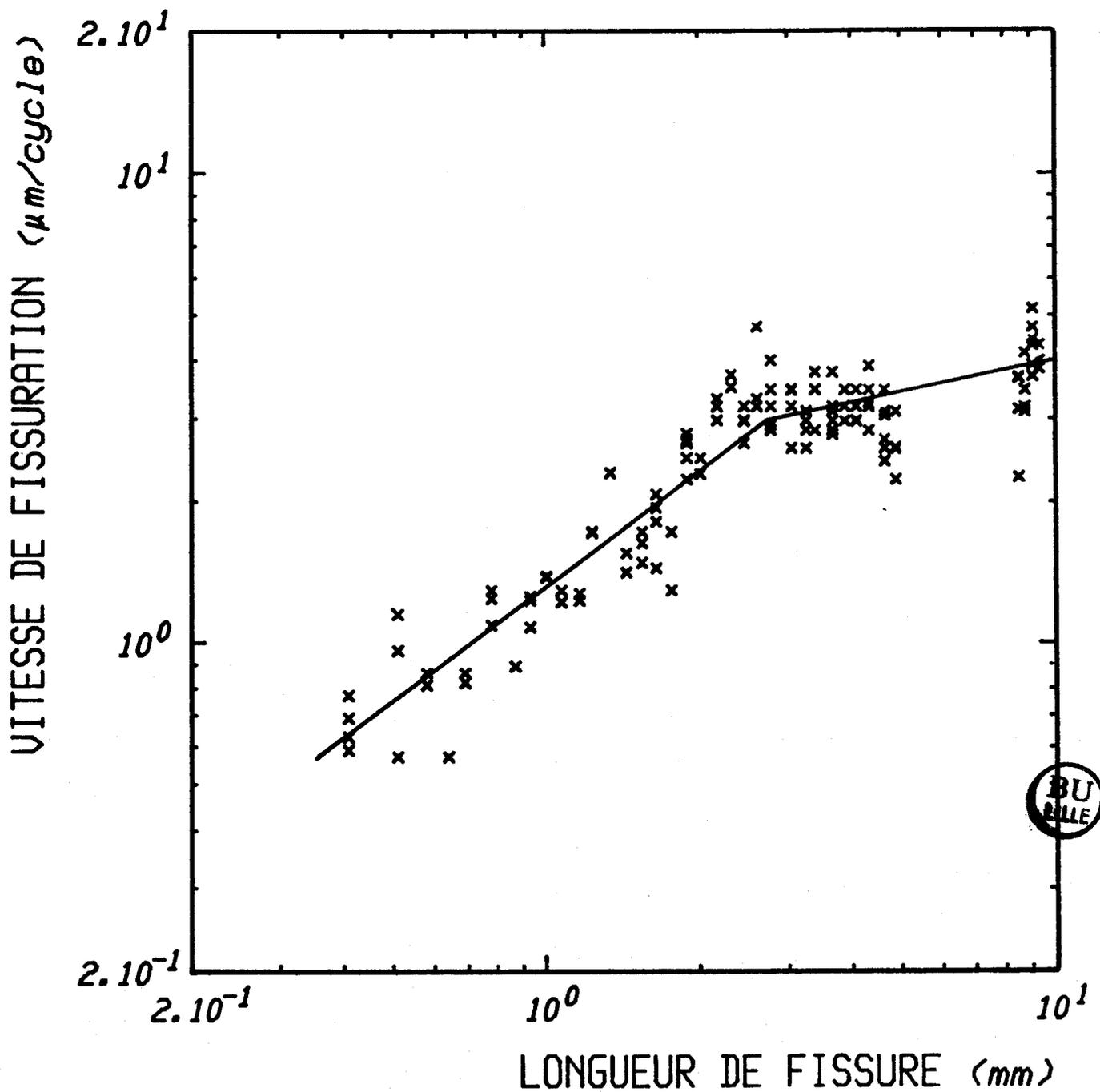


Figure III.2.28.b

Acier H - V

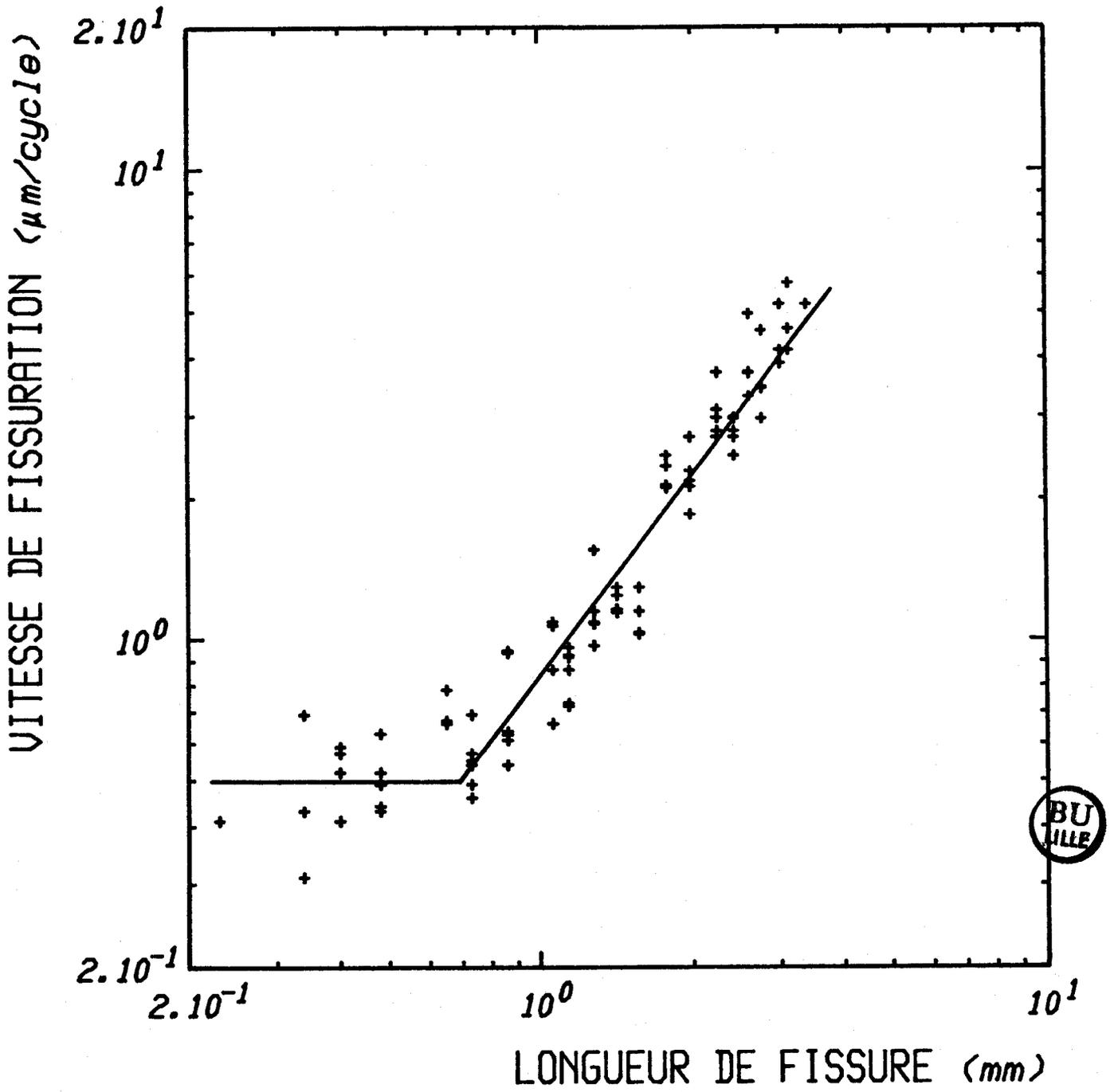


Figure III.2.28.c
Acier H - VV

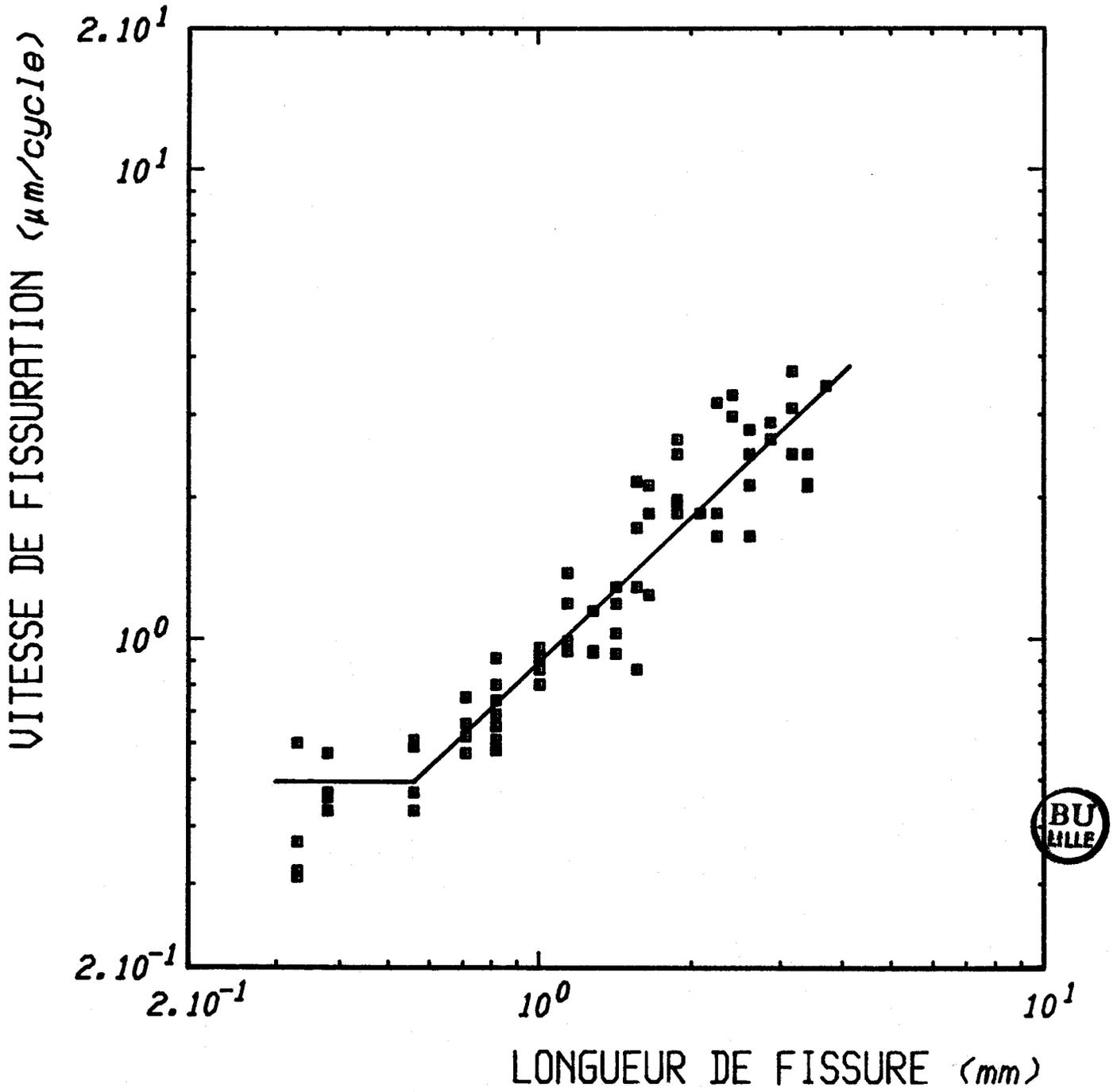


Figure III.2.29

Vitesses de fissuration obtenues par mesures d'interstries en fonction de la profondeur de fissure, pour l'acier H cyclé à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$, à $T = 20^\circ\text{C}$

Figure III.2.29.a

Acier H - HT

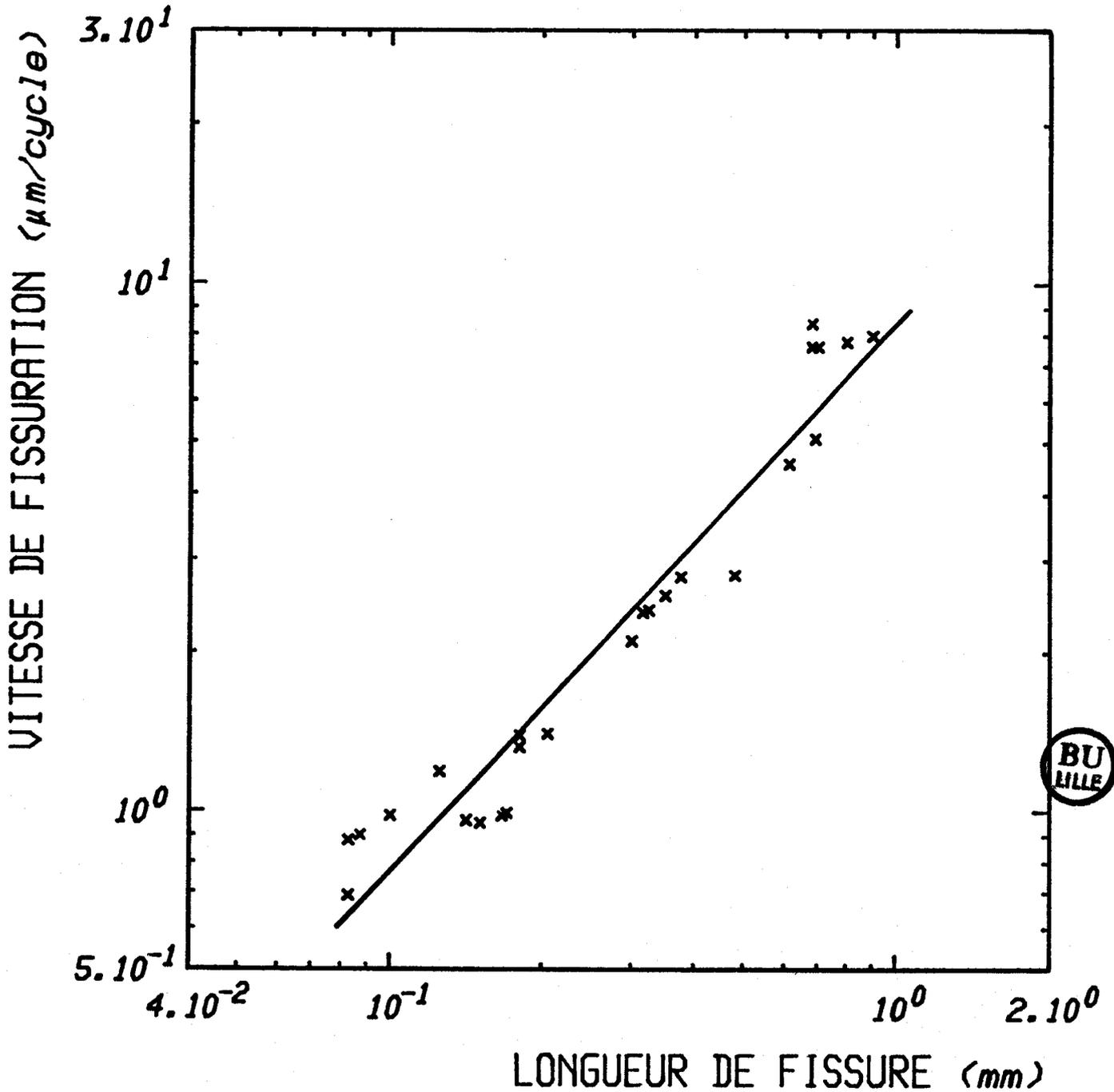


Figure III.2.29.b
Acier H - V

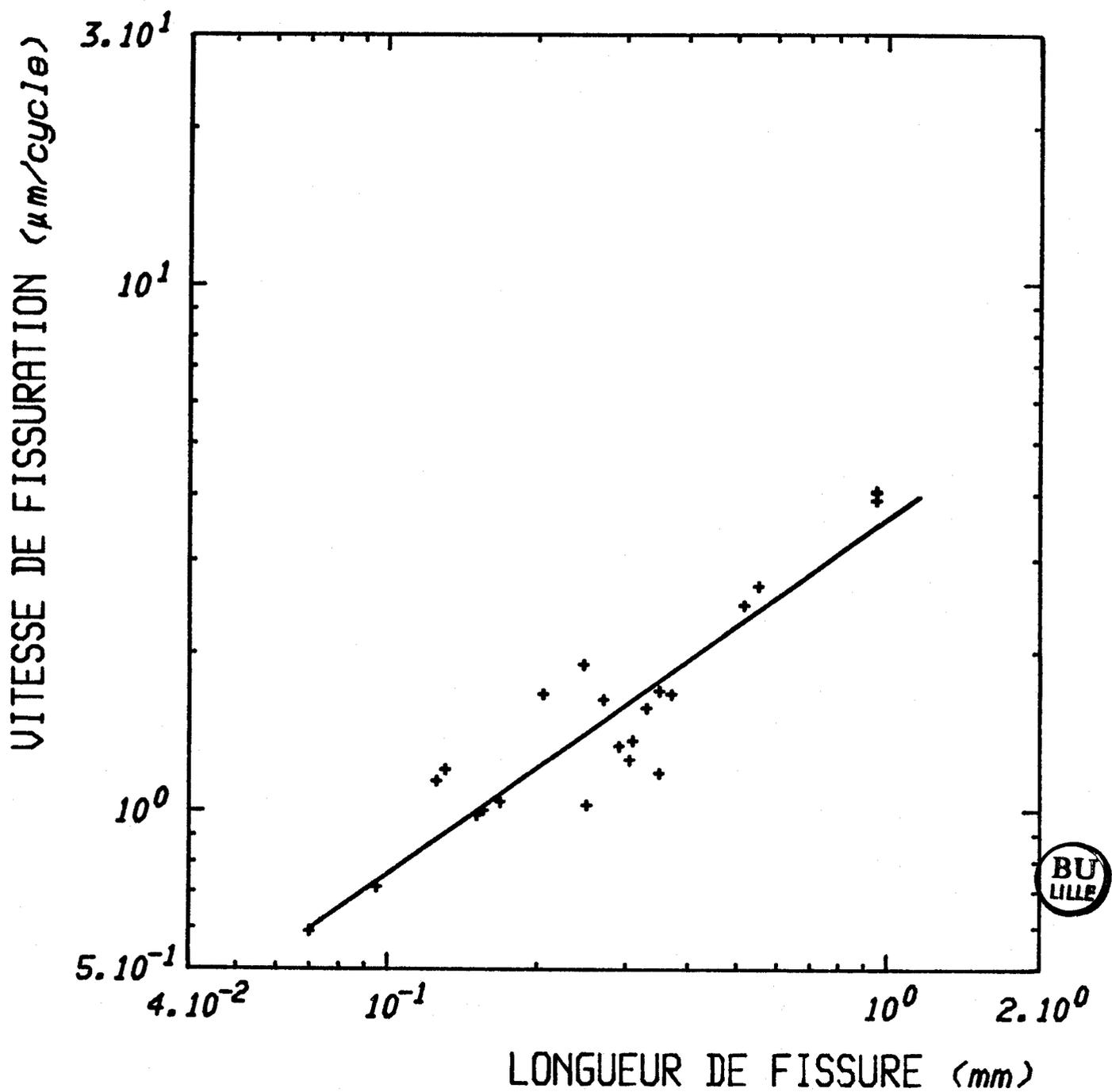


Figure III.2.29.c

Acier H - VV

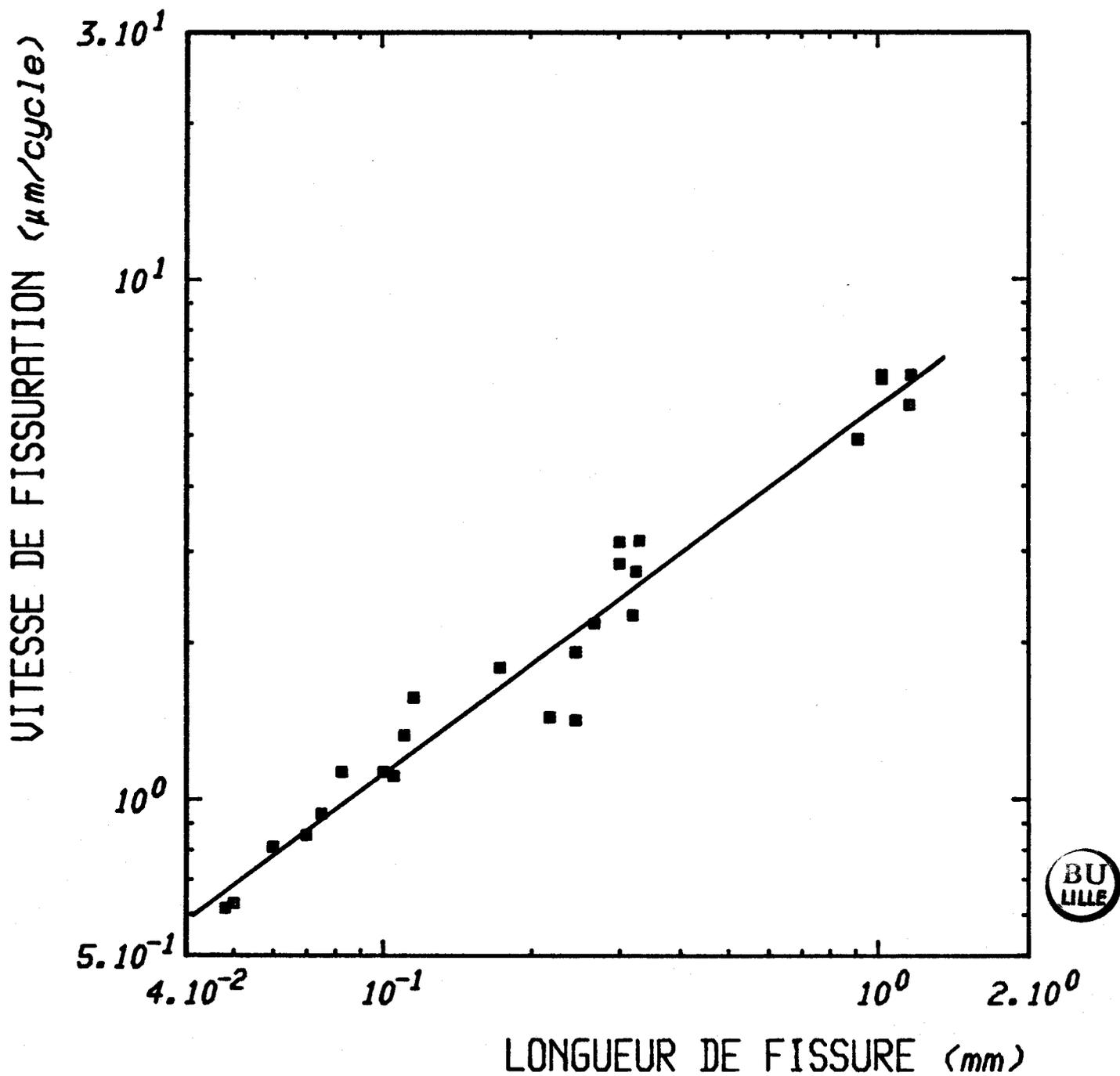
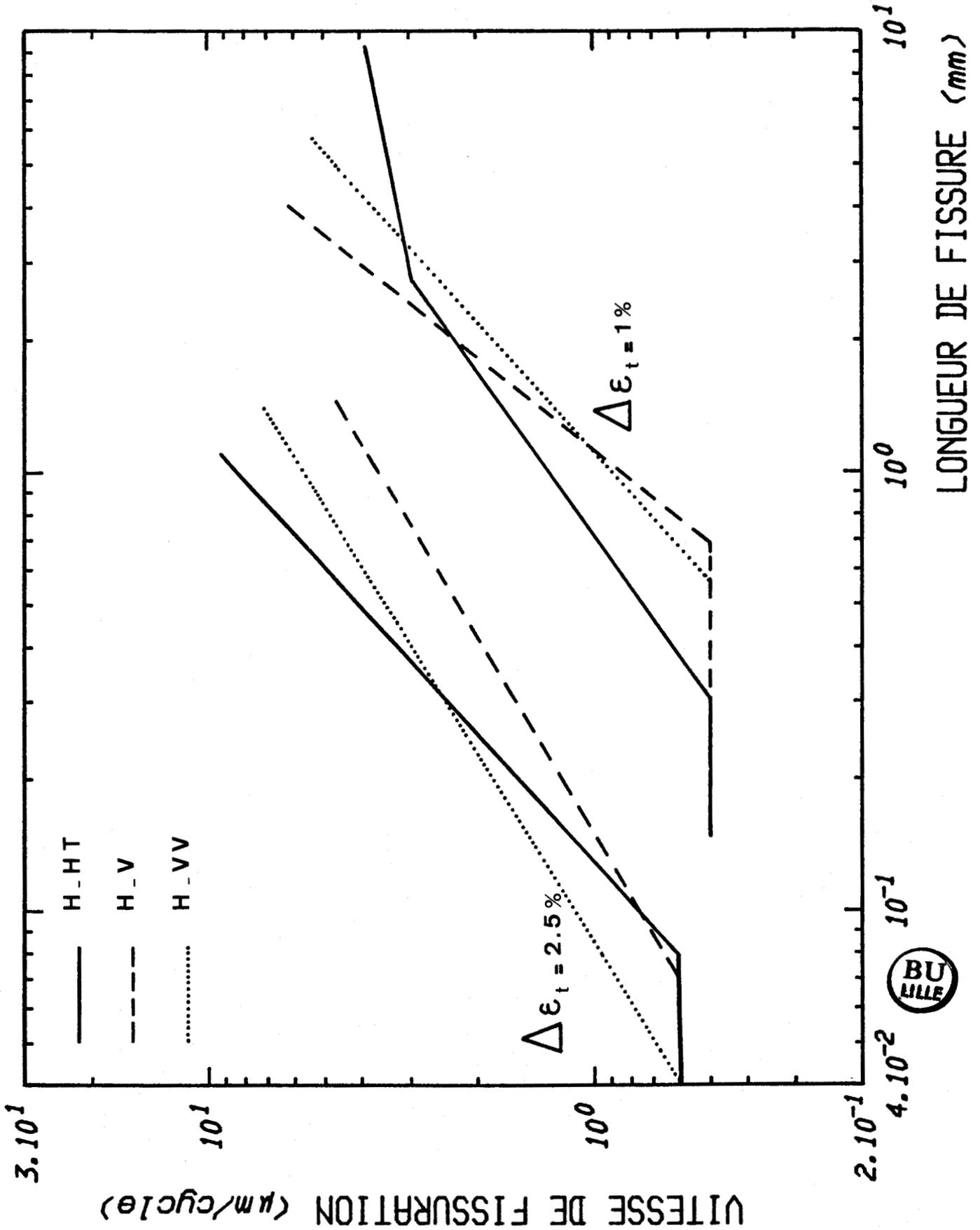


Figure III.2.30

Droites de fissuration $\frac{da}{dN} = Aa^\alpha$ obtenues par régression linéaire, pour l'acier H à 20°C



deur critique se situe autour de $a_c \approx 0,15$ mm pour $\Delta\varepsilon_t = 2,5$ % et autour de $a_c \approx 0,7$ mm pour $\Delta\varepsilon_t = 1$ %. Ces résultats confirment ceux obtenus par C. Levailant [60] à 20, 550 et 600°C sur un acier très voisin de l'acier E. Cette profondeur critique n'est pas décelable dans tous les essais ; on ne peut pas en conclure qu'elle n'existe pas. Nous supposons par la suite qu'elle existe dans tous les cas, mais qu'elle est parfois de dimension inférieure à la profondeur d'apparition des premières stries visibles.

- Les plus faibles valeurs d'interstries mesurées sont de l'ordre de 0,25 - 0,6 $\mu\text{m/strie}$ pour $\Delta\varepsilon_t = 1$ %, et de 0,6 - 1,5 $\mu\text{m/strie}$ pour $\Delta\varepsilon_t = 2,5$ % ; toutes les valeurs mesurées se situent dans l'intervalle 0,25 - 20 $\mu\text{m/strie}$.

Les résultats des figures III.2.25, 26, 28, 29 peuvent être corrélés par des lois puissances $\frac{da}{dN} = A a^\alpha$, dont les constantes A et α sont obtenues, pour chaque acier et chaque traitement thermique, par régression linéaire dans le diagramme bilogarithmique. On constate plus précisément que pour $\Delta\varepsilon_t = 2,5$ %, une seule loi puissance corrèle bien les résultats au delà de a_c ; pour $\Delta\varepsilon_t = 1$ %, les aciers E - V, E - VV et H - HT présentent des résultats qui doivent être corrélés par deux lois puissances ayant des constantes différentes :

$$\frac{da}{dN} = A a^\alpha \text{ pour } a_c < a < a_1$$

et
$$\frac{da}{dN} = A_1 a^{\alpha_1} \text{ pour } a > a_1$$

où $a_1 \approx 2$ mm pour l'acier E comme pour l'acier H.

Le tableau III.2.5 définit les coefficients A et A_1 et les exposants α et α_1 calculés.

Tableau III.2.5

Paramètres des lois de fissuration $\frac{da}{dN} = A a^\alpha$

où a s'exprime en mm et $\frac{da}{dN}$ en $\mu\text{m}/\text{cycle}$.

		$\Delta\varepsilon_t = 1 \%$				$\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$	
		A	α	A_1	α_1	A	α
E	HT	0,790	1,46	-	-	9,63	1,02
	V	0,850	1,46	0,383	2,25	8,37	0,92
	VV	0,815	1,30	0,273	3,54	8,77	0,99
H	HT	1,31	0,81	2,37	0,221	8,43	1,04
	V	0,85	1,42	-	-	3,62	0,676
	VV	0,90	1,02	-	-	5,70	0,703

Nos résultats concernant les constantes A et α concordent avec ceux de Yamaguchi [61], qui obtient à température ambiante, sur un acier 316 à $\dot{\varepsilon}_t = 6,7 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$, et $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$:

$$\frac{da}{dN} = 4,6 \cdot a^{1,3}$$



Si on exprime la constante A sous la forme

$$A = A_0 (\Delta\varepsilon_t)^\gamma$$

on obtient ($\Delta\varepsilon_t$ exprimé en %), en admettant un exposant moyen

$\bar{\alpha} = 1,2$ pour l'acier E et $\bar{\alpha} = 1$ pour l'acier H :

$$A = 0,82 (\Delta\varepsilon_t)^{2,6} \text{ pour l'acier E}$$

expression dans laquelle s'insère correctement la valeur 4,6 obtenue par Yamaguchi, et

$$A = 1,10 (\Delta\varepsilon_t)^{1,85} \text{ pour l'acier H.}$$

Les exposants γ sont un peu plus élevés que l'exposant $\gamma = 1,5$ trouvé par C. Levailant [60], en moyennant toutes mesures effectuées à 20 - 550 - 600°C sur deux aciers Z2CND17-13 (acier VIRGO |0,033 % C - 0,025 % N| ; Acier SPH |0,021 % C - 0,080 % N|).

On peut rapprocher, avec une certaine prudence cependant, la loi de propagation :

$$\frac{da}{dN} = A a^\alpha$$

de la loi de Paris [62] :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m$$



La variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK s'exprime en règle générale en fonction de la variation de contrainte $\Delta\sigma$ et de la profondeur de fissure a par

$$\Delta K = \lambda \Delta\sigma \sqrt{a}$$

et compte tenu de la loi d'écrouissage cyclique $\Delta\sigma = k \Delta\varepsilon_p^{n'}$ on obtient la loi de propagation :

$$\frac{da}{dN} = k \Delta\varepsilon_p^{n'm} a^{m/2}$$

Les lois que nous avons obtenues correspondraient à un exposant de la loi de Paris de l'ordre de 2,4 pour l'acier E et de 2 pour l'acier H. Ces valeurs ne sont pas très éloignées de celles obtenues par Tobler et Reed [63] sur des aciers 304 et 304 N, par des essais de fissuration à température ambiante sur éprouvettes entaillées [m=4].

Mais il faut rappeler ici que la loi de Paris, résultant d'un ajustement de résultats expérimentaux par une loi puissance, s'applique, stricto sensu, dans le domaine élastique, donc de rupture fragile. L'estimation d'un ΔK dans une éprouvette cylindri-

que de révolution fissurée est déjà ardue, mais surtout le domaine de la fatigue oligocyclique correspond à une déformation plastique généralisée dans la masse de l'éprouvette, qui rend bien discutable le calcul d'un ΔK . Aussi, on ne doit pas s'attendre à une meilleure correspondance entre la loi de fissuration $\frac{da}{dN} = A a^\alpha$ et la loi de Paris $\frac{da}{dN} = C \Delta K^m$.

Les résultats en diagramme bilogarithmique (figures III. 2.27 et 30) montrent tout d'abord que les vitesses de fissuration augmentent d'à peu près un ordre de grandeur lorsque le niveau de déformation $\Delta \varepsilon_t$ passe de 1 à 2,5 %. Mais les pentes des droites obtenues tendent à diminuer lorsque la déformation augmente (de 1,5 environ quand $\Delta \varepsilon_t = 1$ %, à environ 1 quand $\Delta \varepsilon_t = 2,5$ % pour l'acier E). La première constatation est à rapprocher de la variation du coefficient de la loi de Paris avec le niveau de déformation, tandis que cette loi ne prévoit pas de variation de l'exposant m.

La seconde constatation est que l'influence du vieillissement préalable sur les cinétiques de fissuration est beaucoup plus faible dans l'acier E peu chargé en Azote (0,08 % pds N) que dans l'acier H (0,25 % N). Dans l'acier E, cette influence est quasiment nulle à $\Delta \varepsilon_t = 2,5$ %, tandis qu'à $\Delta \varepsilon_t = 1$ %, les vitesses de fissuration n'augmentent avec la durée de vieillissement t_v qu'au delà d'une profondeur de fissure $a_1 \approx 2$ mm. En revanche un vieillissement préalable modifie de manière notable les cinétiques de fissuration dans l'acier H.

Globalement, les vitesses de fissuration des deux aciers ne sont pas fondamentalement différentes. En particulier à $\Delta \varepsilon_t = 2,5$ %, les vitesses de fissuration de l'acier H hypere trempé sont à peine plus faibles que celles de l'acier E dans les trois états, mais celles de l'acier H vieilli sont nettement plus faibles ainsi que les pentes des droites obtenues. En revanche à $\Delta \varepsilon_t = 1$ %, l'acier H vieilli montre des vitesses de fissuration peu différentes de celles de l'acier E, tandis que l'acier H hypere trempé présente des vitesses plus élevées, au moins jusqu'à une profondeur de fissure d'environ 2 mm. Au delà, l'acier E présente des vitesses de fissuration plus fortes que l'acier H. En particulier les pentes des droites sont plus élevées dans

l'acier E que dans l'acier H à l'état hypere trempé et vieilli 10 000 h, mais sont à peu près les mêmes pour les aciers E - V et H - V.

Tentons maintenant d'interpréter ces résultats. On sait que sous l'action d'un facteur d'intensité de contrainte ΔK , la fissuration par fatigue se divise en trois stades que définit la figure III.2.31 :

- le stade I (Région A) est celui des faibles vitesses de fissuration, après amorçage sous un ΔK seuil
- le stade II (Région B) de régime intermédiaire, est celui où s'applique la loi de Paris $\frac{da}{dN} = C (\Delta K)^m$
- le stade III (Région C) est celui des hautes vitesses de fissuration, conduisant à la rupture finale.

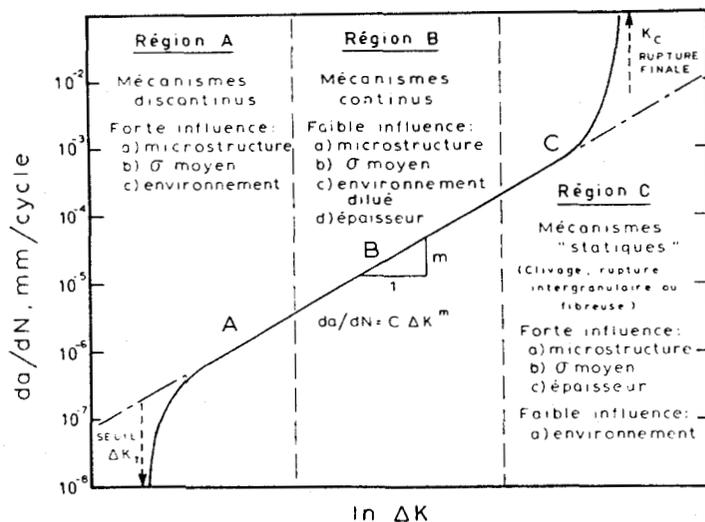


Figure III.2.31 (d'après [64])

Représentation schématique de la vitesse de propagation d'une fissure $\frac{da}{dN}$ en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK

Région A = faible vitesse de fissuration (seuil)

Région B = régime intermédiaire (relation de Paris)

Région C = haute vitesse de fissuration (K_C)

Dans le diagramme $\text{Log } \frac{da}{dN} - \text{Log } a$, la première portion linéaire de pente non nulle correspond au stade II de fissuration, tandis que la seconde zone linéaire de pente non nulle, quand elle existe, doit être associée au début du stade III. La portion linéaire, de pente nulle, peut être associée à la zone de propagation des fissures dites "courtes".

La figure III.2.31 résume les facteurs métallurgiques pouvant influencer les divers stades de fissuration, en particulier les stades II et III que nous analysons ici. Dans nos alliages, ces facteurs sont essentiellement :

- l'état de précipitation intragranulaire, qui devrait influencer essentiellement les stades I et III, mais peut être également le stade II.
- l'état de précipitation intergranulaire, qui devrait influencer le stade III.
- et les caractéristiques du glissement des dislocations, qui devraient essentiellement influencer les stades I et II.

En ce qui concerne l'acier E, nos observations tendent à confirmer que l'état de précipitation, tant intra- que intergranulaire, influe peu sur le stade II de propagation de fissure. En effet en deçà d'une profondeur de fissure de 2 mm, les vitesses de fissuration obtenues dans cet acier sont les mêmes pour les trois traitements thermiques envisagés. En revanche pour une avancée de fissure supérieure à 2 mm, on constate à $\Delta \varepsilon_t = 1 \%$, que les vitesses $\frac{da}{dN}$ sont accélérées par le traitement de vieillissement, d'autant plus que la durée de vieillissement est élevée. On peut supposer que cette accélération représente un amorçage de la phase III de fissuration rapide, où le rôle de la fragilisation intergranulaire se fait alors sentir. Cette accélération de la fissure n'est pas notée à $\Delta \varepsilon_t = 2,5 \%$, les stries n'étant plus décelables au delà de 2 - 3 mm.

Au vu de nos résultats, l'énergie de faute d'empilement, c'est-à-dire le caractère plus ou moins plan de la déformation semble peu influencer le stade II de propagation de fissure, puisque les vitesses de fissuration des aciers E et H

hypertrempés et fatigués à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ sont quasiment identiques. C'est en effet à ce niveau de déformation que le caractère du glissement est le plus différent entre les deux aciers : le glissement dévié, important dans l'acier E, conduit à une structure cellulaire très bien formée, tandis que les glissements dans l'acier H, restent très plans. En revanche à $\Delta\epsilon_t = 1 \%$, le glissement dans l'acier E reste en partie à caractère plan, donc peu différent de celui observé dans l'acier H.

D'autres études ont néanmoins montré [55, 56, 57, 58] par des essais de fissuration sur éprouvettes entaillées qu'un abaissement de l'énergie de faute d'empilement et plus généralement un glissement plan, ralentit la propagation transgranulaire des fissures de fatigue. Afin d'en élucider la raison, Awatani et al. [56] ont étudié, au microscope électronique en transmission, les structures de dislocations en fond de fissure de fatigue dans des échantillons de Cu et de laiton α (70Cu - 30 Zn), le second ayant une beaucoup plus faible EFE que le premier. Dans le Cu, une structure cellulaire de dislocations s'élabore en fond de fissure, dont les parois sont aisément traversées par les dislocations mobiles, par glissement dévié. Il y est fréquent de voir des fissures se propageant le long ou à travers les parois cellulaires. En revanche en fond de fissure dans le laiton α un réseau plan dense de dislocations s'élabore. Les dislocations y semblent très peu mobiles en raison de la difficulté du glissement dévié. Cette mobilité difficile des dislocations dans l'alliage à faible EFE expliquerait les plus faibles vitesses de propagation qui y sont rencontrées.

Les vitesses de fissuration obtenues dans l'acier H à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ peuvent être expliquées de la manière suivante : la précipitation intragranulaire obtenue après vieillissement à 600°C entraîne au cours du stade II une moindre accélération des fissures que dans l'état hypertrempé ; elle semble en revanche peu jouer sur la phase I, mais la précipitation intergranulaire joue le rôle inverse, et cela depuis le stade I. Les vitesses de fissuration sont accrues d'un facteur constant 1,5 entre les états V et VI. Il faut pourtant signaler que l'effet

de ralentissement dû à la précipitation intragranulaire n'est pas décelable par la morphologie des stries. Il doit donc plutôt être interprété comme un effet sur le mode de glissement des dislocations et les sous-structures qu'elles construisent en fond de fissure.

Les vitesses de fissuration obtenues dans l'acier H à $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ sont en revanche plus difficilement explicables. Il semble que, à l'inverse de ce que l'on obtient sous $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$, la fissure de fatigue se propage plus rapidement dans l'état hypere trempé que dans les états vieillis, au moins en deçà d'une profondeur de 2 mm de fissure. Pourtant l'accélération de la fissure est moindre dans l'état hypere trempé. Ces résultats sont contradictoires avec les précédents, mais néanmoins confirmés par un doublement des mesures.

En ce qui concerne l'initiation de fissure, nos observations microscopiques ne nous permettent pas de conclure sur l'effet éventuel de l'Azote, la zone d'amorçage étant beaucoup trop matée. D'autres auteurs ayant travaillé sur des aciers 316 L hypere trempés s'accordent pour dire que cet amorçage y est plutôt cristallographique, tant à 20 qu'à 600 - 650°C [60 - 61]. Mais l'effet de l'Azote sur cet amorçage n'a pas été examiné microscopiquement, à notre connaissance.

Nous nous proposons, par intégration des lois de propagation, d'évaluer les proportions de durée de vie que couvrent respectivement la phase de propagation, et par différence, la phase d'amorçage. Dans ce but, nous admettons les hypothèses suivantes, cohérentes avec les observations microscopiques.

(i) Dans le cas général, la propagation comporte deux stades :

- un premier stade où la vitesse de propagation $\frac{da}{dN}$ est constante (désignée par $(\frac{da}{dN})_0$), à partir d'une profondeur d'amorçage a_0 , jusqu'à une profondeur critique de fissure a_c .
- un second stade où s'applique la loi de propagation $\frac{da}{dN} = A a^\alpha$ pour les profondeurs de fissure $a_c < a < a_f$.

Seuls les aciers E - V, E - VV et H - HT, cyclés à $\Delta \varepsilon_t = 1 \%$ présentent un troisième stade de propagation au delà de $a_1 \approx 2$ mm où s'applique une seconde loi de propagation $\frac{da}{dN} = A_1 a^{\alpha_1}$. La première loi s'applique entre a_1 et a_f . Ceci est résumé schématiquement sur la figure III.2.32.

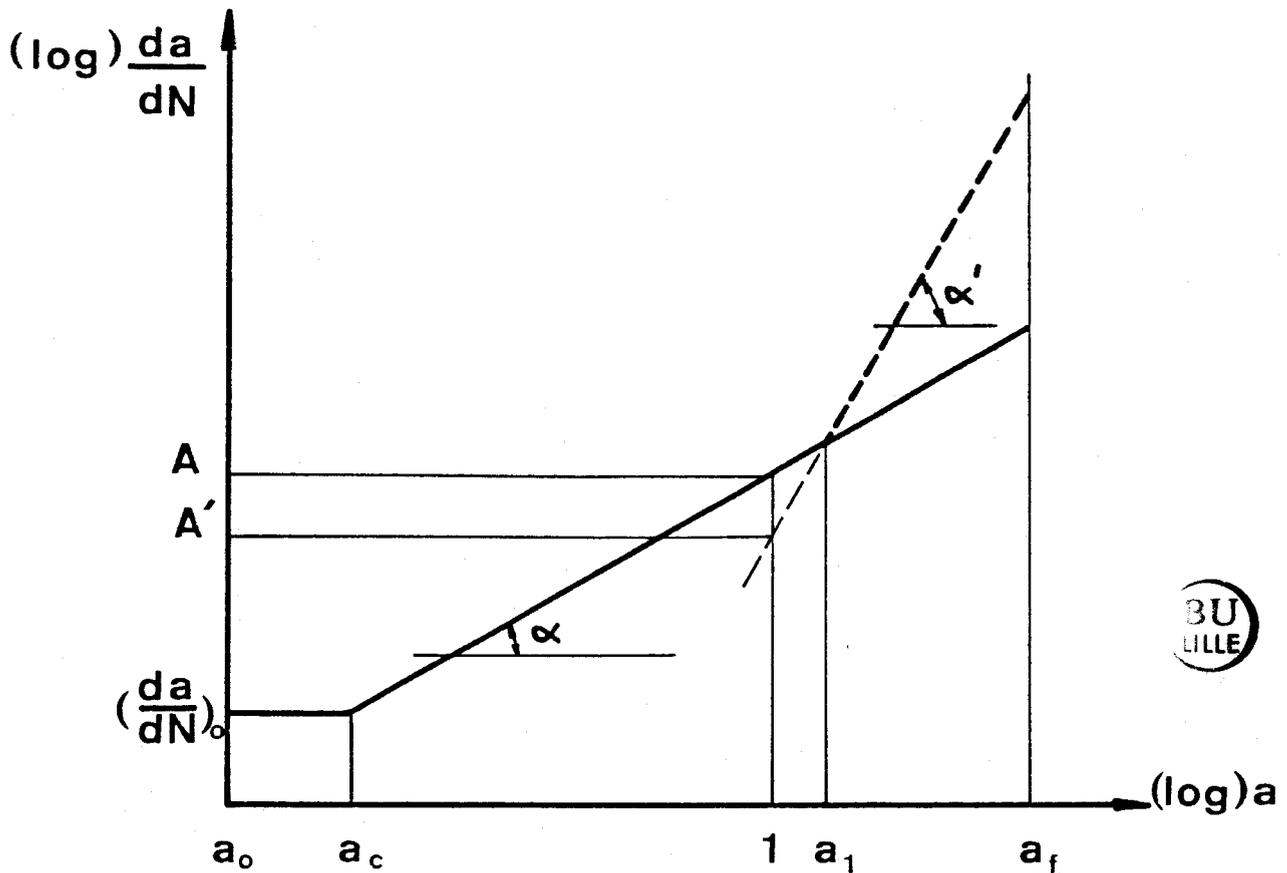


Figure III.2.32

Schématisation des courbes $\frac{da}{dN} - a$
obtenues par mesures d'interstries

(ii) La profondeur d'amorçage a_o et la longueur totale de fissure a_f ne dépendent que du niveau de déformation imposé, mais ne dépendent ni du matériau, ni du traitement thermique. Comme Yamaguchi et al. [61], nous proposons de fixer le seuil de transition a_o entre l'amorçage et la propagation, à une profondeur liée à la taille de grain ($d \approx 100 \mu\text{m}$) :

$$a_o \approx \frac{d}{2} \text{ pour } \Delta\varepsilon_t = 2,5 \% \text{ et } a_o \approx d \text{ pour } \Delta\varepsilon_t = 1 \%$$

en tenant compte également du fait que les stries apparaissent beaucoup plus vite à haut niveau de déformation. Cette hypothèse revient à supposer que le début de la propagation correspond à l'extension de la fissure hors du grain où elle s'est initiée.

(iii) La vitesse de propagation initiale $\left(\frac{da}{dN}\right)_o$ ne dépend pas du traitement thermique initial, mais dépend du matériau et du niveau de déformation imposé. Lorsqu'elle n'est pas décelée, elle est supposée égale à la plus faible vitesse mesurée.

On obtient alors par intégration le nombre de cycles de propagation :

$$N_p = \left| \frac{a_c - a_o}{\left(\frac{da}{dN}\right)_o} \times 10^3 \right| + \left| \frac{a_f - a_c}{A (1-\alpha)} \times 10^3 \right| \text{ cycles}$$

$$\text{ou } N_p = \left| \frac{a_c - a_o}{\left(\frac{da}{dN}\right)_o} \times 10^3 \right| + \left| \frac{a_1 - a_c}{A (1-\alpha)} \times 10^3 \right| + \left| \frac{a_f - a_1}{A_1 (1-\alpha_1)} \times 10^3 \right| \text{ cycles}$$

où les grandeurs a_o , a_c , a_1 , a_f et $\left(\frac{da}{dN}\right)_o$ sont définies dans le tableau III.2.6, les paramètres A , α , A_1 et α_1 sont tirés du tableau III.2.5.

Les nombres de cycles de propagation N_p , d'amorçage N_a , les durées de vie N_R et les rapports N_p/N_R obtenus sont consignés dans le tableau III.2.7.

$\Delta \epsilon_t$	Acier	a_0 (mm)	a_c (mm)	a_1 (mm)	a_f (mm)	$(da/dN)_0$ $\mu\text{m}/\text{cycle}$
1 %	E - HT	0,10	0,73	-	9	0,5
	E - V		0,695	2,75		
	E - VV		0,69	1,63		
	H - HT		0,30	2,73		0,5
	H - V		0,69	-		
	H - VV		0,56	-		
2,5 %	E - HT	0,5	0,151	-	3	1,4
	E - V		0,143	-		
	E - VV		0,156	-		
	H - HT		0,079	-		0,6
	H - V		0,070	-		
	H - VV		0,041	-		



Tableau III.2.6

Profondeurs caractéristiques de fissure et vitesses de propagation initiales, utilisées pour le calcul du nombre de cycles de propagation.

		E			H		
		HT	V	VV	HT	V	VV
$\Delta\epsilon_t = 1 \%$	N_p	3438	3062	2630	3884	3440	3956
	N_a	6063	4947	5925	6086	8160	6173
	N_R	9501	8009	8555	9970	11500	10129
	N_p/N_R	0,362	0,382	0,307	0,390	0,290	0,391
$\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$	N_p	385	418	410	492	890	591
	N_a	514	460	320	605	161	363
	N_R	899	878	730	1097	1051	954
	N_p/N_R	0,428	0,476	0,562	0,448	0,847	0,619

Tableau III.2.7

Nombres de cycles de propagation N_p calculés par intégration des lois de fissuration, nombres de cycles à l'amorçage N_a , durées de vie N_R et proportions de durée de vie N_p/N_R couvertes par la période de propagation.

Ces résultats confirment, ce qui est généralement admis (cf fig. III.2.24), que la proportion de durée de vie correspondant à l'amorçage, diminue lorsque le niveau de déformation augmente. Cette proportion est à peu près la même pour les deux aciers hypereutectés cyclés à $\Delta\epsilon_t = 1 \%$ et à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$, et pour les deux aciers vieillis cyclés à $\Delta\epsilon_t = 1 \%$. En revanche l'effet du vieillissement s'y manifeste à $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$, plus encore dans l'acier H que dans l'acier E.

On observe d'autre part que les nombres de cycles à l'amorçage, comme les nombres de cycles à la propagation, sont

globalement un peu plus élevés dans l'acier H que dans l'acier E, à $\Delta\varepsilon_t = 1 \%$, quelque soit l'état initial. Il en est de même pour les états hypereutectiques cyclés à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$. Mais dans les états vieillis cyclés à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$, le vieillissement semble fortement réduire la durée de la phase d'amorçage, et plus encore dans l'acier H que dans l'acier E. La durée de la phase de propagation est en revanche plus longue dans l'acier H que dans l'acier E.

Tout ceci semble confirmer que la présence d'Azote interstitiel dans les aciers 316 L améliore la durée de vie de ces aciers en agissant à la fois sur la phase d'amorçage et sur la phase de propagation. En revanche un vieillissement préalable a un effet néfaste sur l'amorçage des fissures en fatigue, à fort niveau de déformation, d'autant plus que la précipitation est forte, donc que la teneur en Azote est élevée. Néanmoins les plus longues phases de propagation de l'acier H lui confèrent de plus fortes durées de vie qu'à l'acier E.

Nous nous garderons d'une plus fine interprétation de ces résultats, qui reposent somme toute sur un certain nombre d'hypothèses.

Les proportions de durées de vie calculées, couvertes par la propagation, sont relativement importantes et pourraient faire remettre en cause le critère de ruine choisi pour évaluer les durées de vie : rupture complète de l'éprouvette. Pourtant les courbes d'évolution des contraintes au cours du cyclage montrent bien que ce critère est très peu différent de celui choisi par d'autres : durée de vie égale au nombre de cycles correspondant à une chute de 25 % de l'amplitude de contrainte par rapport à la contrainte stabilisée. Si la propagation couvre environ 40 % de N_R , comme nos calculs le prévoit, tandis que la contrainte reste stabilisée jusqu'à 80 - 90 % N_R , c'est que le matériau continue à se consolider alors même qu'une fissure principale se propage. Ceci confirme la complexité de choix d'un critère pour définir la transition amorçage - propagation : critères sur la contrainte, critères sur la profondeur des microfissures, sur le nombre de microfissures décelables en surface...

Tout ceci justifie l'intérêt actuel porté à l'étude du comportement des fissures dites "courtes" dont le problème est très clairement exposé dans les références [65, 66, 67]. Le critère de ruine ne peut pas être lié à l'apparition de microfissures, (celle-ci ayant lieu dès le début du cyclage comme l'a montré T. Magnin [68]), mais plutôt au seuil en deça duquel les microfissures arrêtent de se propager. Ce domaine ne peut être abordé que par la mécanique élasto-plastique de la rupture et son étude n'est encore qu'à peine abordée.

III.2.1.4.c. Conclusions.

L'analyse des faciès de rupture nous a permis de mettre en évidence l'effet d'un vieillissement préalable sur les modes de rupture par fatigue des aciers étudiés. La fragilisation intergranulaire agit essentiellement sur le mode de rupture finale en traction dont le caractère, de transgranulaire, devient d'autant plus intergranulaire que la durée du vieillissement, le niveau de déformation et la teneur en Azote augmentent. Dans l'acier E, les vitesses de fissuration sont peu influencées par le vieillissement ; en revanche celui-ci modifie de manière complexe les cinétiques de croissance de fissures dans l'acier H. Enfin il semble que le nombre de cycles couvert par la phase d'amorçage, et celui couvert par la phase de propagation, augmentent avec la teneur en Azote.

III.2.1.5. Interprétation du rôle de l'Azote sur la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers type 316 L - 316 LN.

En règle générale, trois propriétés peuvent être espérées, pour une bonne résistance à la fatigue : un bon comportement cyclique, caractérisé par un durcissement cyclique, une initiation tardive des fissures et une lente propagation de ces fissures [69, 70].

Le paramètre déterminant de l'endommagement par fatigue est la variation de déformation plastique par cycle, $\Delta\epsilon_p$. Mais la répartition de cette déformation plastique influe fortement

sur la résistance à la fatigue [69, 70, 71, 72]. Un écoulement plastique trop localisé accélère l'initiation des fissures. C'est par exemple le cas des matériaux où se forment des BGP, qui créent des intrusions - extrusions, sites privilégiés d'amorçage des fissures en surface ; c'est le cas également de matériaux contenant des particules de seconde phase, sites de concentration de contraintes donc sites privilégiés d'amorçage.

Une répartition homogène de la déformation plastique peut être obtenue en diminuant la fraction volumique de particules de seconde phase, si elles existent, et/ou en changeant le caractère du glissement : soit par modification de l'EFE, soit par ajustement du type et de la répartition des précipités durcissants.

Une élévation de l'EFE, ou plus généralement la promotion d'un mode de glissement dévié des dislocations conduit à une déformation par bandes de glissement intenses, et par suite à une initiation rapide des fissures de fatigue. Un abaissement de l'EFE, ou plus généralement la promotion d'un mode de glissement plan des dislocations, entraîne la formation de fines bandes de glissement rapprochées, assurant ainsi une répartition plus homogène de la déformation, donc une meilleure résistance à l'amorçage des fissures [69, 70, 71, 72]. De plus des essais de fissuration sur éprouvettes entaillées semblent montrer qu'un mouvement plan ralentit la phase de propagation des fissures [55, 56, 57, 58].

Dans les aciers 316 L, la précipitation, lorsqu'elle existe, est très hétérogène (cf § I.1.2.3.) ; jouer sur l'EFE est alors essentiel pour rendre homogène la déformation. L'addition d'Azote assure cette répartition homogène de la déformation, à la fois par la mise en solution désordonnée des atomes interstitiels et par l'abaissement de l'EFE qu'elle provoque, ou au moins par la difficulté du glissement dévié qu'elle entraîne.

Nous pouvons donc dire que la meilleure résistance à la fatigue des aciers 316 L alliés à l'Azote est due au mouvement plan des dislocations que favorise la présence d'Azote, en grande partie par abaissement de l'EFE, comme le confirme la présence de macles et de fautes d'empilement dans l'acier

H-HT (0,25 % N) après fatigue. L'analyse par microscopie en transmission nous permet également d'affirmer que l'Azote interstitiel assure une répartition plus homogène de la déformation, retardant ainsi l'amorçage des fissures. Nos mesures d'interstries semblent d'autre part montrer que les deux phases, d'amorçage et de propagation, sont allongées par un accroissement de la teneur en Azote. La saturation dans le gain en durée de vie, observée au delà d'une teneur pondérale de 0,12 % N, ainsi que la diminution de ce gain quand le niveau de déformation $\Delta \epsilon_t$ diminue, s'expliquent par le non dépassement du seuil d'apparition du glissement dévié ; le mode de déformation à fort Azote (> 0,12 %) et bas niveau de déformation est presque exclusivement plan. Abaisser encore l'énergie de faute d'empilement ne peut plus apporter de gain supplémentaire. De plus l'effet de l'Azote sur l'EFE n'est pas linéaire, ni celui de l'EFE sur les durées de vie.

Dans les aciers E et H vieillis, la MET révèle de la précipitation matricielle, et une très forte précipitation intergranulaire. L'analyse des faciès de rupture a montré que la fraction de faciès de rupture rompue par fatigue diminue lorsque le temps de vieillissement augmente, et que simultanément la fraction finale rompue en traction prend un caractère intergranulaire plus marqué. Cette fragilisation intergranulaire, modérée après 2 000 h, très forte après 10 000 h de vieillissement abaisse le facteur d'intensité de contrainte critique K_C ; ceci explique que les durées de vie des aciers E et H hypertrempés ou vieillis 2 000 h, sont quasiment identiques, tandis que celles des aciers vieillis 10 000 h sont fortement réduites. La précipitation de l'Azote est néanmoins loin d'être totale même après 10 000 h de maintien à 600°C ; la teneur en azote interstitiel de l'acier H est encore suffisante pour assurer le caractère plan de sa déformation par rapport au caractère ondulé de la déformation de l'acier E ; ceci explique que le gain de durée de vie dû à l'Azote est conservé après vieillissement.

III.2.1.6. Rôle de l'Azote interstitiel sur le comportement d'accommodation des aciers 316 L - 316 LN

Nous avons montré qu'à fort niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t > 1 \%$), les aciers à basse teneur en Azote ($< 0,10 \%$ pds) durcissent durant la phase d'accommodation, alors que les aciers à haute teneur en Azote ($> 10 \%$), après un fort durcissement au cours des premiers cycles, s'adoucissent considérablement avant de se pseudo-stabiliser (cf § III.2.1.2.a. et [47], [49]). Ce comportement inhabituel de durcissement-adoucissement des solutions solides à fortes teneurs en interstitiels a également été observé par Shibata et al. [73] dans des aciers inoxydables austénitiques de la série AISI 300, fortement chargés en Azote ou en Carbone, et dans des alliages austénitiques Fe - Mn - N ou C, cyclés en contraintes imposées. Shibata observe que l'adoucissement est indépendant de la température de mise en solution dans les alliages à l'Azote, tandis qu'il augmente avec cette température dans les alliages au Carbone ; il constate de plus que l'adoucissement est beaucoup plus intense avec l'Azote qu'avec le Carbone.

Afin d'expliquer cette différence de comportement, et surtout cet inhabituel "durcissement - adoucissement" cyclique, nous proposons d'analyser l'influence de divers paramètres sur la phase d'accommodation de l'acier H.

Deux essais à déformation plastique contrôlée ont été menés gracieusement sur l'acier H-HT, à l'Ecole des Mines de Saint Etienne. Ces essais sont conduits en cycle triangulaire alterné ($R_\varepsilon = -1$) à la vitesse de déformation totale

$\dot{\varepsilon}_t = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$, sur des éprouvettes cylindriques de diamètre

8 mm : - le premier essai à $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \pm 10^{-2}$

- le second essai à $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \pm 5.10^{-3}$

Ces niveaux de déformation plastique imposée correspondent à peu près aux niveaux stabilisés des essais en déformation totale imposée à $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$ et $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$ respectivement.

L'évolution des contraintes au cours du cyclage est représentée en diagramme semi-logarithmique sur la figure III.2.33. Les durées de vie obtenues sont $N_R = 2\ 100$ cycles à $\Delta\varepsilon_p = 2\%$ et $N_R = 5\ 700$ cycles à $\Delta\varepsilon_p = 1\%$. Ces durées de vie ne sont que légèrement supérieures à celles données par la loi de Manson - Coffin obtenue par les essais à $\Delta\varepsilon_t$ imposé. ($N_R = 1\ 400$ et $5\ 300$ cycles, pour $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ et $1,6\%$ respectivement).

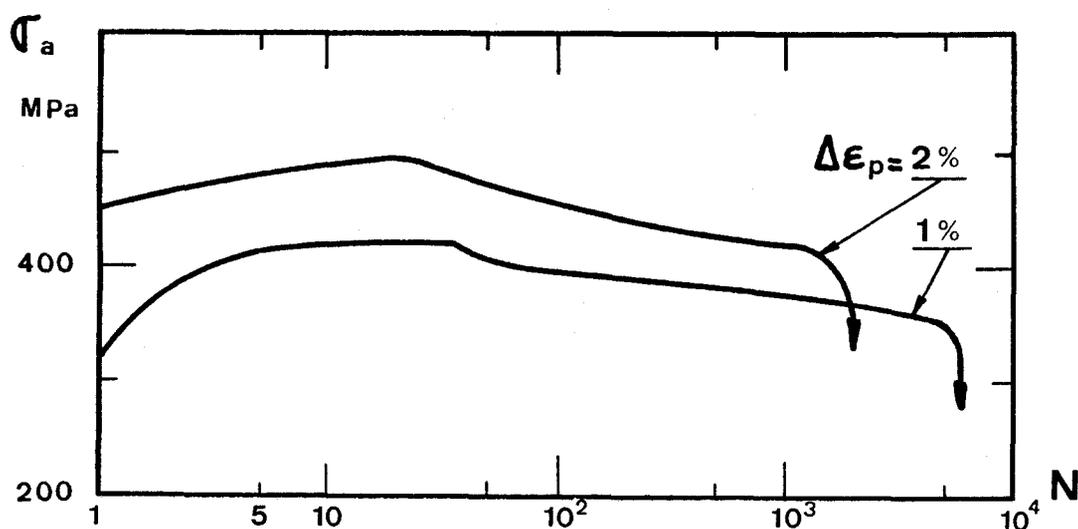


Figure III.2.33

Evolution des contraintes au cours du cyclage de l'acier H - HT lors d'essais de fatigue oligocyclique pilotés en déformation plastique imposée.

L'évolution des contraintes est également très comparable à celle obtenue en déformation totale imposée (figure II.4.4.H - HT). Elle se caractérise par un fort durcissement, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à rupture, de taux fortement décroissant au cours du cyclage. Mais l'intensité du durcissement diminue lorsque le niveau de déformation augmente, contrairement aux essais à $\Delta\varepsilon_t$ imposé ; en revanche l'intensité de l'adoucissement augmente avec le niveau de déformation, comme dans les essais à $\Delta\varepsilon_t$ imposé.

Le choix d'un pilotage en déformation plastique imposée ou en déformation totale imposée ne modifie donc pas le comportement d'accommodation de ces aciers. On ne peut porter de jugement sur les intensités relatives des durcissements et adoucissements : celles-ci varient tout de même légèrement d'un essai à l'autre à $\Delta\varepsilon_t$ imposé, et le nombre d'essais à $\Delta\varepsilon_p$ imposé est très réduit.

La figure III.2.34 présente les courbes d'évolution des contraintes à 20°C, sous $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$, $R_\varepsilon = -1$, $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} S^{-1}$, de l'acier H dans les états HT, V et VV. On constate que l'intensité du durcissement comme celle de l'adoucissement, diminue lorsque la durée du vieillissement augmente, c'est-à-dire lorsque la teneur en interstitiels diminue.

La figure III.2.35 présente l'évolution des contraintes de l'acier H-HT durant les 200 premiers cycles d'essais de fatigue effectués dans les conditions suivantes :

- $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$; $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} S^{-1}$ à 20°C
- $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$; $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-5} S^{-1}$ à 20°C
- $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$; $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} S^{-1}$ à 20°C
- $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$; $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} S^{-1}$ à 600°C

La comparaison de ces courbes montre que l'amplitude du durcissement augmente fortement lorsque le niveau de déformation augmente, mais légèrement seulement lorsque la vitesse de déformation diminue ; en revanche à 600°C, l'amplitude du durcissement augmente d'un ordre de grandeur par rapport à celle du durcissement à température ambiante, tandis que la phase d'adoucissement a disparu.

Il faut également noter que dans toutes les conditions où durcissement et adoucissement existent, le maximum de contrainte est atteint, à haut niveau de variation de déformation totale imposée ($\Delta\varepsilon_t = 2 \%$ et $2,5 \%$), à l'issue d'un même nombre de cycles (environ 20). En revanche ce nombre de cycles diminue quand $\Delta\varepsilon_t$ diminue.

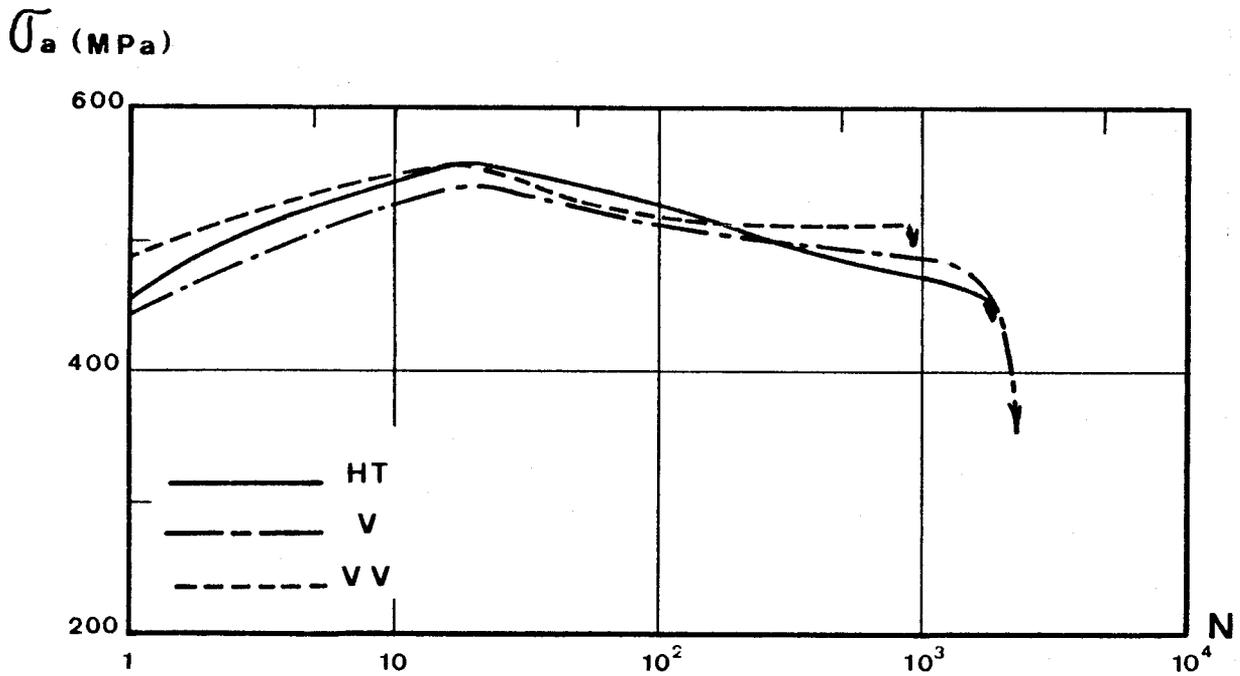


Figure III.2.34

Evolution des contraintes au cours d'essais de fatigue oligocyclique de l'acier H dans les états HT, V et VV, à $\Delta \epsilon_t = 2,5 \%$, $R_\epsilon = -1$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} S^{-1}$, $T = 20^\circ C$

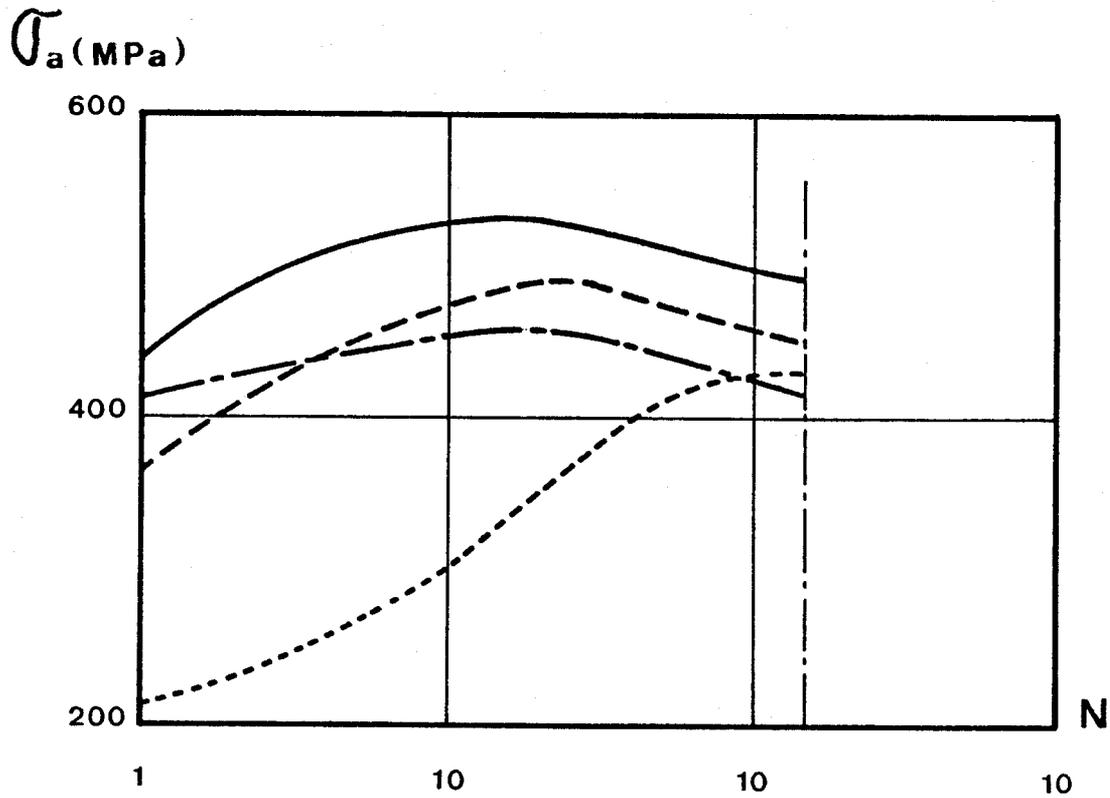


Figure III.2.35

Evolution des contraintes durant les 200 premiers cycles d'essais de fatigue oligocyclique sur l'acier H hypertrempé, dans les conditions :

—————	$\Delta\varepsilon_t = 2 \%$;	$\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$;	20°C
- - - - -	$\Delta\varepsilon_t = 2 \%$;	$\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-5} \text{S}^{-1}$;	20°C
— — — —	$\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$;	$\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$;	20°C
- - - - -	$\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$;	$\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$;	600°C

Cette sensibilité de la phase de durcissement/adoucissement d'accommodation aux paramètres

- teneur en interstitiels
- vitesse de déformation
- température

tend à prouver que les processus de durcissement/adoucissement sont essentiellement gouvernés par des modes d'interactions à courte distance, activés thermiquement, vraisemblablement par interaction des dislocations avec les interstitiels ou éventuellement avec des amas interstitiels - substitutionnels, étant donnée la forte énergie d'interaction existant entre les éléments interstitiels C et N et les éléments substitutionnels Cr et Mn.

Dans le but de confirmer ces hypothèses, nous proposons une analyse des contraintes à partir du traitement des boucles d'Hystérésis.

Selon l'analyse de D. Kuhlmann - Wilsdorf et C. Laird [74] deux types de contraintes revêtent une importante signification physique au cours d'un cycle en fatigue. La contrainte de frottement σ_f ("friction stress") indépendante du signe de la déformation, mais dirigée en sens inverse de la vitesse, et la contrainte de rappel σ_R ("back stress") qui change de signe au cours de chaque demi-cycle et atteint son maximum à la déformation maximale du cycle. Cette contrainte de rappel, de nature élastique, est constante durant la portion élastique du cycle ; elle réduit la limite élastique dans la direction qu'elle favorise, elle est donc responsable de l'"Effet Bauschinger".

La contrainte de frottement σ_f a la nature d'une contrainte effective : elle est causée par les obstacles à courte distance au mouvement des dislocations qui sont sources de phénomènes d'interactions activés thermiquement. La contrainte de rappel σ_R a la nature d'une contrainte interne athermique ; elle est due au champ élastique des dislocations.

On peut définir quantitativement ces contraintes à partir des boucles d'Hystérésis contraintes - déformations, selon l'analyse de Cottrell [75]. Cette analyse suppose que les cycles

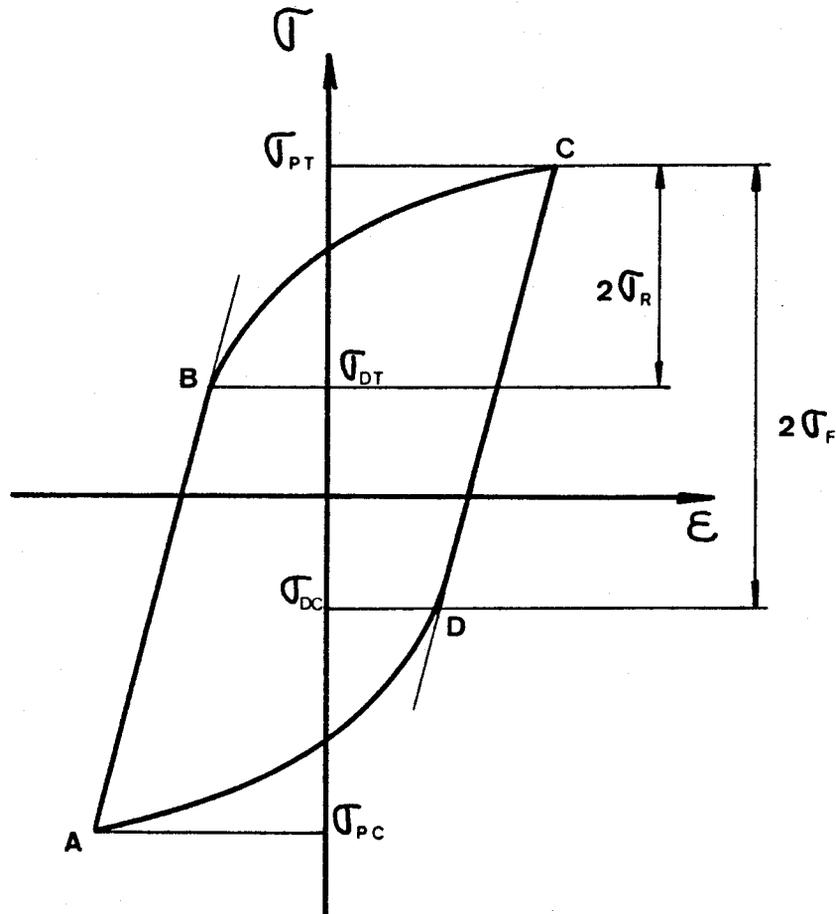


Figure III.2.36

Définition des contraintes de rappel et de frottement à partir d'un cycle d'Hystérésis, selon l'analyse de Cottrell [39]



sont symétriques, en particulier que les contraintes de décollement σ_{DT} en traction et σ_{DC} en compression d'une part, et que les contraintes pics σ_{PT} en traction et σ_{PC} en compression d'autre part (fig. III.2.36), sont égales et de signes contraires. Le principe sous-jacent à cette analyse est le suivant : avant le début de la déformation plastique, à savoir lorsque la contrainte est σ_D (T ou C), la contrainte de rappel σ_R générée au demi-cycle précédent, agit dans la même direction que la contrainte, maintenant inversée. En présence d'une contrainte de frot-

tement σ_F agissant sur les dislocations, nous pouvons écrire

$$\sigma_D = \sigma_F - \sigma_R \quad \text{où } \sigma_F \text{ et } \sigma_R \text{ sont prises en valeurs ab-}$$

solues, la contrainte effective étant nulle, puisque le mouvement des dislocations n'est pas amorcé. De même à la fin de chaque demi-cycle, la contrainte de rappel atteint à nouveau sa valeur maximale ; elle contrecarre maintenant, au lieu d'aider, la déformation. Là encore la contrainte effective est nulle puisque le mouvement des dislocations est interrompu. On a alors

$$\sigma_P = \sigma_F + \sigma_R \quad \text{où } \sigma_F \text{ et } \sigma_R \text{ sont prises en valeurs ab-}$$

solues. De ces deux relations, viennent

$$\sigma_F = \frac{\sigma_P + \sigma_D}{2}$$

et
$$\sigma_R = \frac{\sigma_P - \sigma_D}{2} \quad \text{où } \sigma_P \text{ et } \sigma_D \text{ sont prises en valeurs ab-}$$

solues. Ces résultats sont définis sur la figure III.2.37.a et b. Le long du cycle d'Hystérésis, les grandeurs σ_R , σ_F , σ et ϵ varient schématiquement au cours du temps suivant les courbes de la figure III.2.38.

Le logiciel de traitement des boucles d'Hystérésis, dont nous avons précédemment parlé pour le calcul des énergies (cf § III.2.1.2.c) nous fournit les valeurs moyennes entre la traction et la compression, des contraintes σ_F et σ_R :

$$\sigma_F = \frac{\sigma_{FT} + \sigma_{FC}}{2} \quad \sigma_R = \frac{\sigma_{RT} + \sigma_{RC}}{2}$$

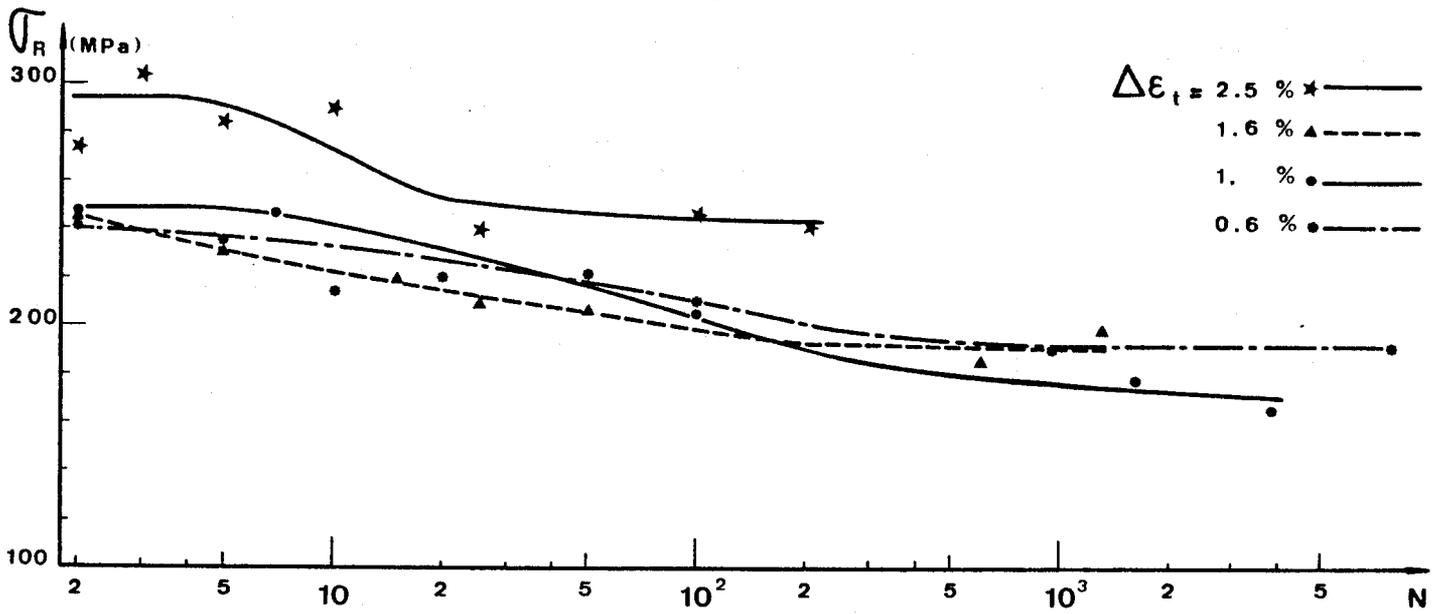
où
$$\sigma_{FT} = \frac{\sigma_{PT} - \sigma_{DC}}{2} \quad \sigma_{RT} = \frac{\sigma_{PT} - \sigma_{DT}}{2}$$

et

$$\sigma_{FC} = \frac{-\sigma_{PC} + \sigma_{DT}}{2} \quad \sigma_{RC} = \frac{-\sigma_{PC} + \sigma_{DC}}{2}$$

avec les notations de la figure III.2.36. Les contraintes σ_P et σ_D sont alors prises en valeurs algébriques.

- a -



- b -

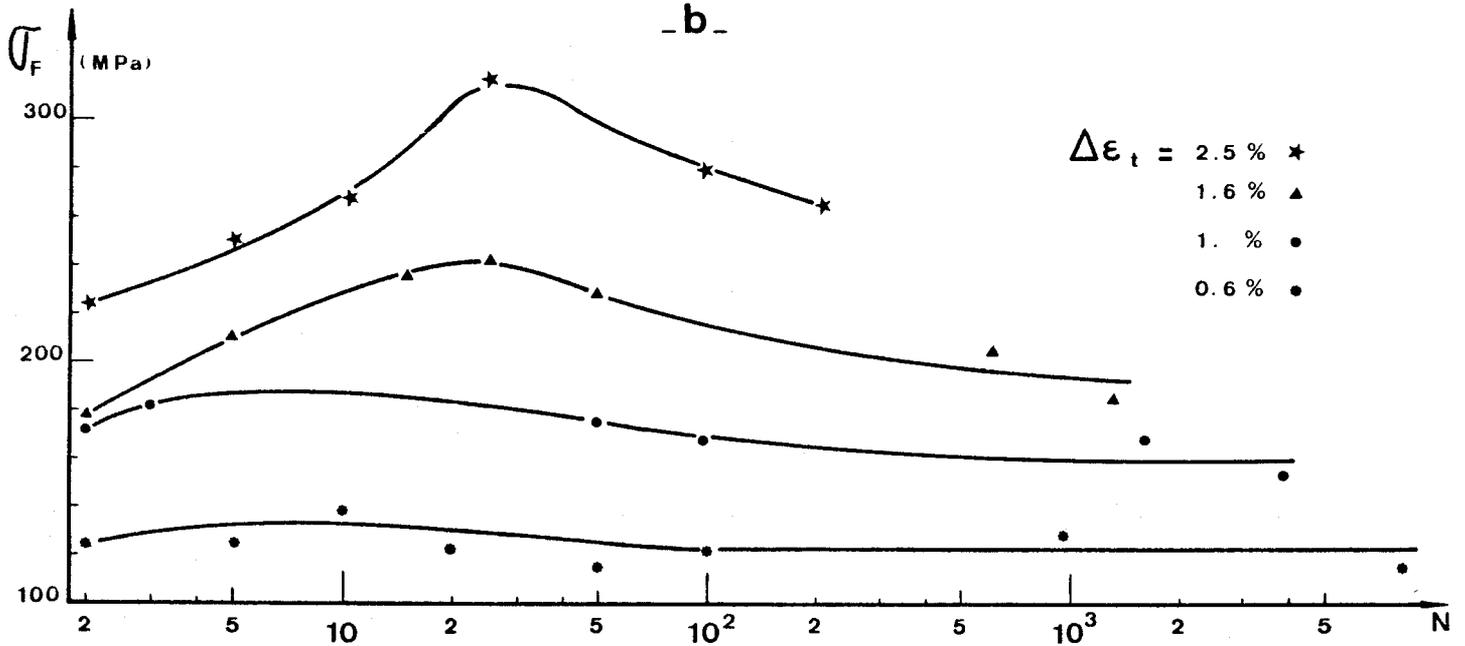


Figure III.2.37
Evolution des contraintes de rappel σ_R (-a-) et de frottement σ_F (-b-) au cours de la phase d'accommodation (20% NR), pour l'acier H - HT cyclé à différents niveaux de déformation

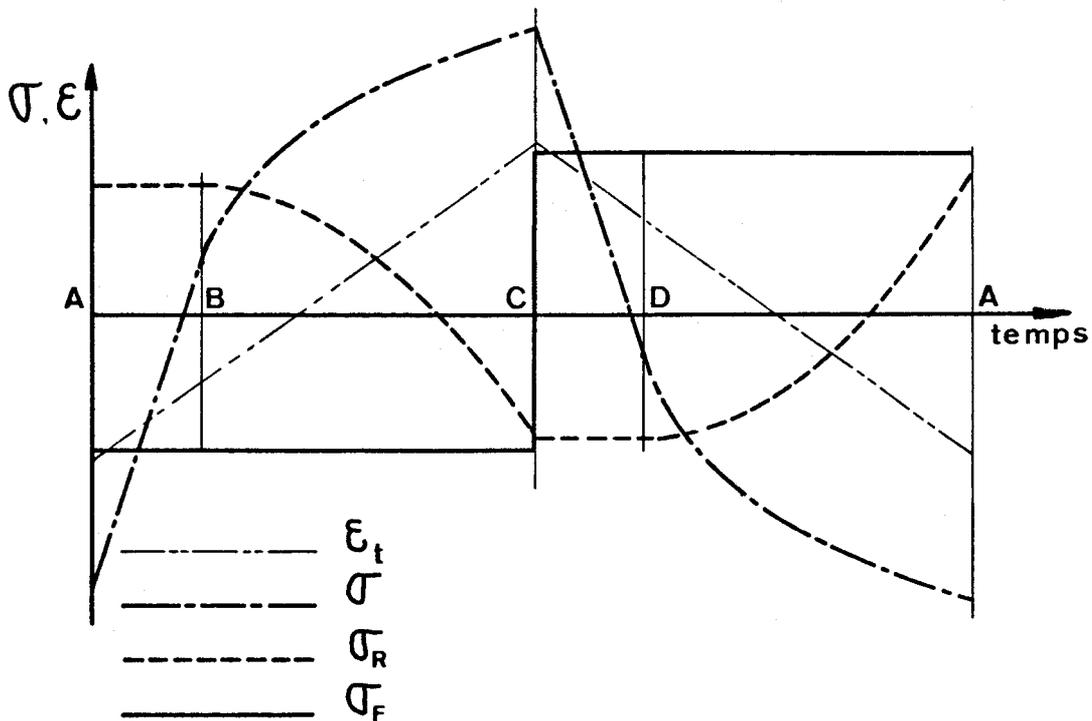


Figure III.2.38
Variations schématiques des paramètres σ_R , σ_F ,
 σ et ε au cours du cycle défini sur la figure III.2.36



Les figures III.2.37.a et b définissent, pour l'acier H-HT, l'évolution des contraintes σ_F (-a-) et σ_R (-b-) au cours des 20 premiers % de la durée de vie, aux niveaux de déformation imposés $\Delta\varepsilon_t = 2,5 - 1,6 - 1 - 0,6$ %. Cette figure montre clairement que la contrainte de rappel, ou contrainte interne, décroît légèrement au cours du cyclage, tandis que c'est la contrainte de frottement, due aux interactions à courtes distances, qui présente les caractéristiques de durcissement/adoucissement propres à la phase d'accommodation des aciers à forte teneur en Azote. Ceci confirme que ce durcissement/adoucissement est

attribuable aux interactions à courtes distances, dislocations - interstitiels par exemple. L'adoucissement cyclique traduit une déstabilisation des modes de durcissement vis à vis du chargement cyclique. Une partie des obstacles aux dislocations s'efface progressivement, ou au moins leur efficacité diminue. Feltner et Laird [76] ont montré que le Cu polycristallin pré-écroui ne s'adoucît cycliquement que s'il est cyclé en traction - compression, et si la contrainte de compression a une valeur suffisante, c'est-à-dire crée une déformation plastique inverse mesurable. Pourtant un cyclage de l'acier H en contraintes répétées de traction simple ($\sigma_m = \sigma_a = 280$ MPa) à 20°C produit la déformation progressive définie sur la figure III.2.39, caractéristique d'un adoucissement cyclique ; l'acier 316 N se comporte, de ce point de vue, de manière comparable à l'acier 316 L (cf § I.3.1.1.f).

Peu d'études microstructurales ont pour objet l'explication de l'adoucissement cyclique des métaux et alliages [39, 40, 73, 77, 78, 79]. Il est bien connu que les métaux initialement écrouis ou durcis par précipitation, ainsi que ceux ayant subi une transformation martensitique, s'adoucissent cycliquement [39, 40, 76], souvent même dès le premier cycle. Leur durcissement monotone est causé par la présence effective d'obstacles au mouvement des dislocations. Tandis que l'adoucissement cyclique est dû à l'effacement progressif de ces obstacles. L'intensité et la vitesse de cet adoucissement sont essentiellement fonctions de la stabilité des obstacles vis à vis du mouvement des dislocations. Par exemple, A. Pineau [39] montre que le comportement en fatigue oligocyclique du Waspaloy (alliage à base de Nickel) durci par précipitation de phases γ' ($N_{13} T_1 Al$) dépend de la taille des précipités. Lorsque ces particules de seconde phase sont de grande dimension ($\phi \approx 900 \text{ \AA}$), elles ne peuvent pas être cisailées par les dislocations ; elles ne peuvent qu'être contournées par celles-ci, et le comportement d'accommodation est alors un durcissement cyclique intense, avant stabilisation de la contrainte. En revanche lorsque ces particules sont petites ($\phi \approx 80 \text{ \AA}$), elles peuvent être cisailées par les dislocations. La phase d'accommodation se caractérise alors par

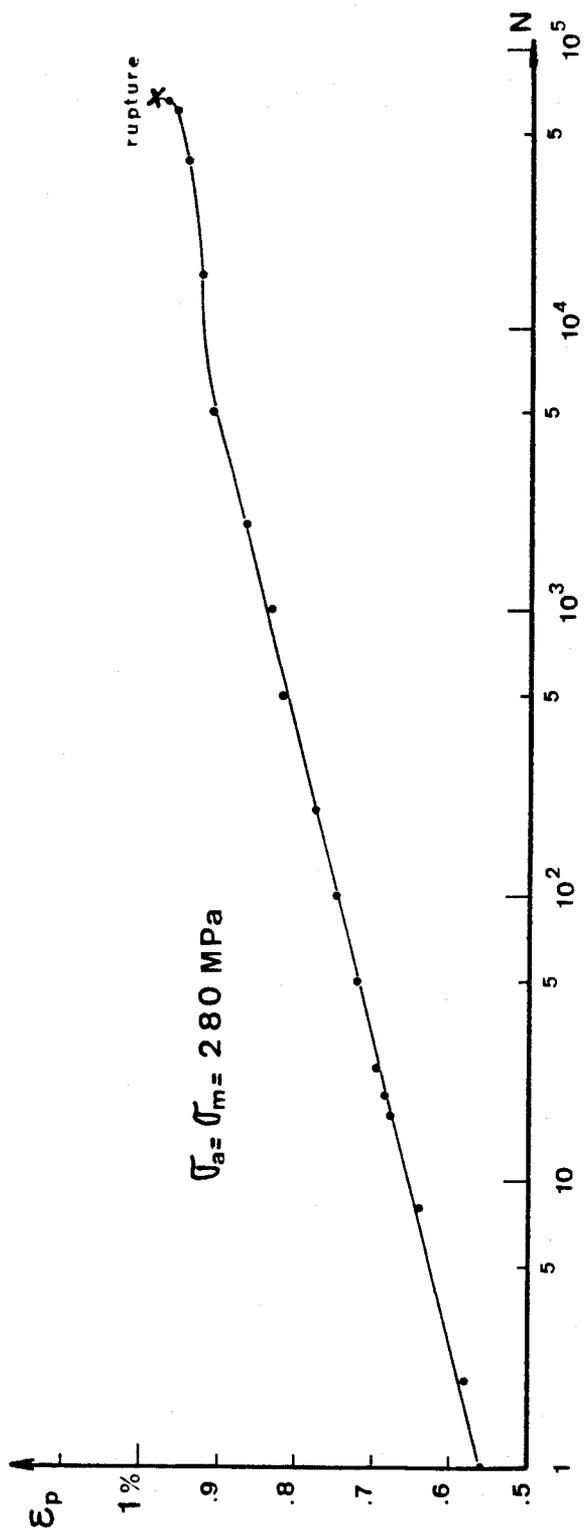


Figure III.2.39
Déformation progressive de l'acier H-HT cyclé
en contraintes répétées à 20°C, au niveau de contrainte
 $\sigma_a = \sigma_m = 280 \text{ MPa}$



un durcissement/adoucissement ; Pineau explique cette variation de la contrainte par la compétition entre plusieurs phénomènes, conformément au schéma de la figure III.2.40.

D'autres types d'obstacles peuvent évoluer au cours du cyclage. Dans des alliages Al - Zn, Pahl et al. [80] étudient l'influence de la fatigue sur les zones de Guinier - Preston qu'ils renferment. Ils montrent par diffraction des rayons X à faible angle, que lorsque les alliages contiennent une fraction volumique à l'équilibre de petites zones faiblement espacées, ces zones G.P. coalescent rapidement au cours d'un essai de fatigue grâce à la forte densité de lacunes créées, qui favorisent la diffusion ; en revanche lorsque les zones G.P. sont grandes et largement espacées, elles résistent à la coalescence. Pahl montre également que dans une solution solide sursaturée obtenue par réversion, on constate la germination, la croissance et la coalescence de zones GP par sollicitations en fatigue, en des temps beaucoup plus courts que lors de vieillissements statiques.

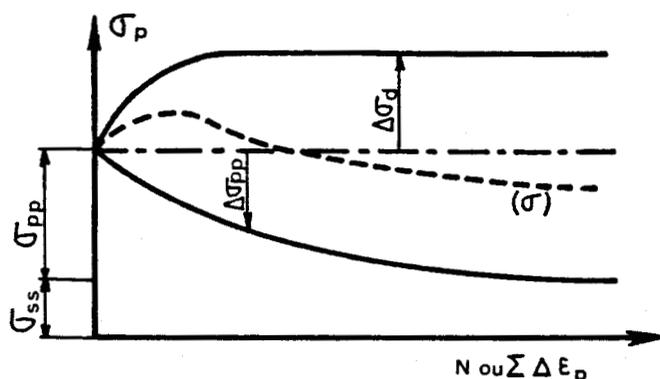


Figure III.2.40 (d'après [39])

Evolution schématique de la contrainte σ_r avec la déformation plastique cumulée (ou le nombre de cycles) dans le cas où une partie du durcissement de précipitation

($\Delta \sigma_{pp}$) est perdue. $\Delta \sigma_d$ représente la partie du durcissement due aux dislocations dans une solution solide. σ_{ss} et σ_{pp} désignent respectivement le durcissement de solution solide et celui dû à la précipitation à l'état initial.

Nous avons personnellement envisagé l'hypothèse de l'existence de "clusters" dans nos aciers fortement chargés en Azote, qui auraient pu se former durant le refroidissement par trempe à l'eau et qui se comporteraient comme des précipités cisailables sous sollicitation cyclique. Pourtant aucune allusion à l'existence de telles phases ordonnées Cr - N ou Cr₂ - N n'a jamais été confirmée dans la littérature, à notre connaissance, dans des alliages austénitiques Fe - Ni - Cr - N ; et aucune trace de ces clusters n'a été perçue par nous-mêmes en diffraction par microscopie électronique en transmission ; d'autre part Shibata et al [73] ont montré que la température de mise en solution n'a pas d'influence sur l'intensité de l'adoucissement dans ces aciers, l'Azote étant quasiment totalement en solution solide, déjà par mise en solution à 1050°C. Enfin, l'étude de Pahl [80] sur le comportement des zones G.P. en fatigue suggère que le comportement de clusters en sollicitations cycliques, n'est pas forcément analogue à celui de petits précipités cisailables. Seule l'analyse des microstructures de déformation de l'acier H-HT après 5 cycles et 100 cycles en fatigue sous $\Delta\epsilon_t = 2\%$, pouvait faire penser à une remise en solution des interstitiels d'Azote. En effet après 5 cycles, les dislocations sont très inégalement réparties dans la matrice, tandis qu'après 200 cycles, elles sont beaucoup plus nombreuses mais réparties de manière très homogène (cf § III.2.1.3). Néanmoins même sans pouvoir préciser la nature du processus de déstabilisation des obstacles, responsable de l'adoucissement, nous pouvons admettre un schéma analogue à celui de Pineau (figure III.2.41).

Un mécanisme plausible, cohérent avec l'analyse des sous-structures de dislocations, est le suivant : lors des tout premiers cycles de fatigue à température ambiante, à haut niveau de déformation imposé, des bandes de glissement intenses se créent (voir la structure des dislocations après 5 cycles à $\Delta\epsilon_t = 2\%$ (figure III.2.21) ; les interstitiels sont attirés dans le champ hautement contraint des dislocations amassées dans ces bandes, créant des atmosphères de Cottrell qui épinglent fortement les dislocations. Ceci explique le fort durcissement au cours des premiers cycles. La déformation ne peut alors se poursuivre que

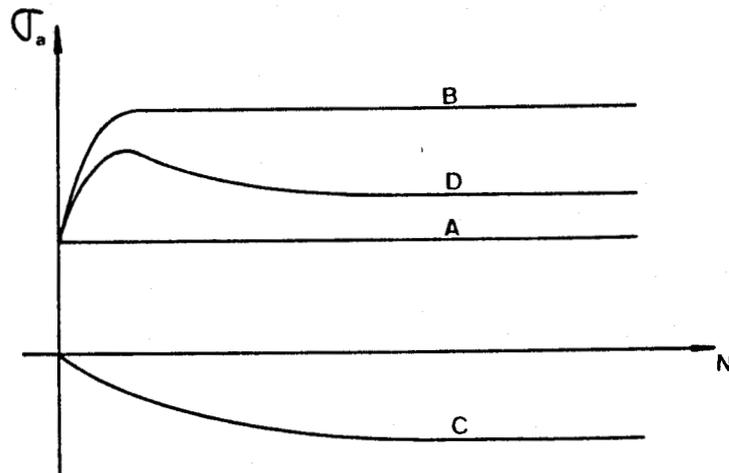


Figure III.2.41

Evolution schématique de la contrainte σ_a avec la déformation plastique cumulée (ou le nombre de cycles), par le mécanisme proposé

- A - Composante de durcissement par solution solide et écrouissage au 1er quart de cycle.
- B - Composante de durcissement par augmentation des défauts en fatigue (écrouissage cyclique)
- C - Composante d'adoucissement cyclique par destabilisation des obstacles.
- D - Résultante σ_a

par l'activation de nouvelles sources, ou par arrachement des dislocations précédentes sous l'action d'une contrainte suffisante ; les nouvelles dislocations mobiles attirent à leur tour les interstitiels, dissolvant peu à peu les nuages de Cottrell initiaux. Ceci provoque un adoucissement du matériau ; la répartition de la déformation (dislocations épinglées sur leurs nuages de Cottrell) s'homogénéise alors (voir la structure des dislocations après 100 cycles à $\Delta\epsilon_t = 2\%$, figure III.2.21), jusqu'à un état d'équilibre caractérisé par la stabilisation de la contrainte. Ce phénomène fait le pendant de l'effet P-LC qui apparaît à chaud dans ces aciers (cf § III.3) ; le phénomène de durcissement - adoucissement est associé à la faible mobilité des interstitiels à 20°C, l'effet P-LC étant en revanche associé à la forte mobilité des interstitiels à 600°C.

L'influence du traitement de vieillissement se traduit sur les courbes de durcissement - adoucissement à 20°C, par une amplitude de contrainte légèrement accrue, mais un durcissement et un adoucissement d'intensité légèrement réduite. La plus forte amplitude de contrainte résulte des effets contradictoires de durcissement par solution solide et de durcissement d'Orowan dû à la précipitation. Le moindre durcissement peut s'expliquer par la moindre densité de défauts de trempe après vieillissement. Enfin le plus faible adoucissement peut être associé à la plus faible teneur en interstitiels après précipitation.

III.2.2. COMPORTEMENTS EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A 600°C, DES ACIERS E ET H VIEILLIS.

III.2.2.1. Analyse des résultats mécaniques

En fatigue à 600°C nous avons choisi pour cycle de référence, le cycle défini à 50 % N_R , étant données les fortes variations de contrainte enregistrées au cours de certains essais.

La durée des essais de fatigue oligocyclique à 600°C étant très faible (< 12 heures) par rapport aux durées de vieillissement statique, la précipitation en cours d'essais peut être négligée.

Comme nous l'avons précédemment signalé en traction monotone à 600°C (§III.1.2), un très fort effet P-LC se manifeste lors des essais de fatigue à 600°C des aciers E et H, quelle que soit la durée de vieillissement préalable. Nous en reparlerons en détails au paragraphe III.3.

Evolution des contraintes et écrouissage cyclique

L'évolution des contraintes au cours du cyclage dépend fortement de la teneur en Azote et du traitement thermique initial (figures III.2.42.a et b).

Pour l'acier E (0,08 % N), l'évolution des contraintes est peu sensible à la durée du vieillissement (figure III.2.42.a). Elle se caractérise par un fort durcissement d'accommodation qui augmente lorsque le niveau de déformation augmente et lorsque le temps de vieillissement diminue. La fraction de durée de vie intéressée par la phase d'accommodation est plus importante, et l'intensité du durcissement considérablement plus intense qu'à 20°C.

Pour l'acier H (0,25 % N), l'évolution des contraintes est très sensible à la durée du vieillissement, à fort niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 1,6$ %) (figure III.2.42.b). Cette sensibilité de la courbe $\sigma(N)$ à la durée du vieillissement nous a amenés à effectuer deux essais supplémentaires de fatigue oligocyclique à 600°C, au niveau $\Delta\varepsilon_t = 1,6$ % sur l'acier H hypertrempé. Pour les deux essais sur l'état hypertrempé et pour un des deux essais à l'état vieilli 2 000 h, un fort durcissement d'accommodation est

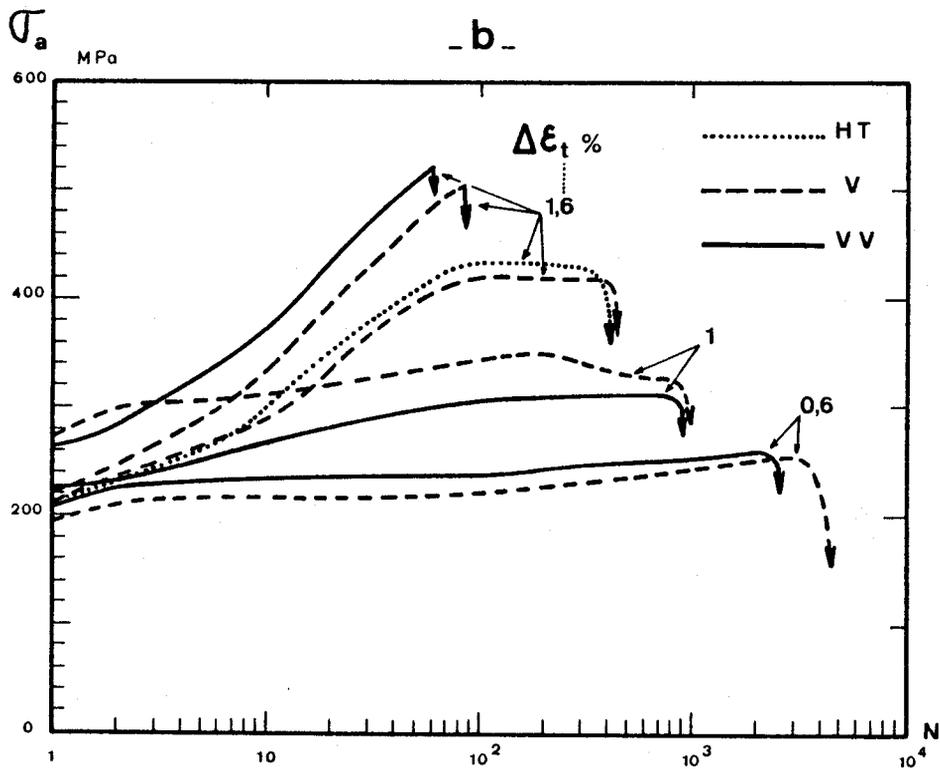
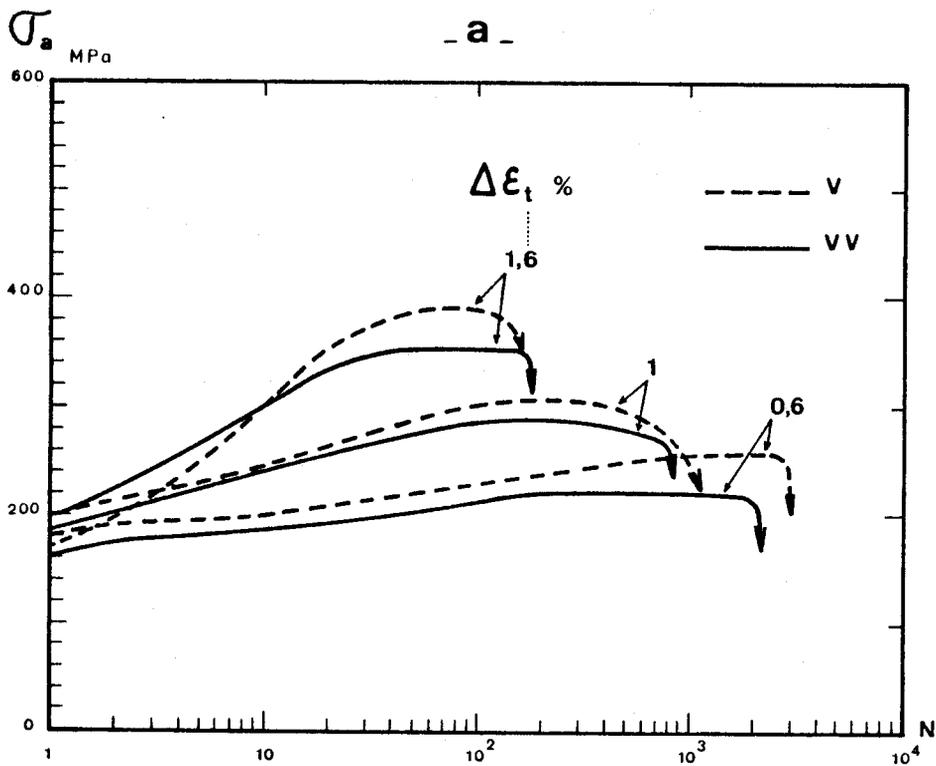


Figure III.2.42
Evolution des contraintes
au cours du cyclage à 600°C
a - des aciers E-V et E-VV
b - des aciers H-HT, H-V et H-VV

suivi par une stabilisation de la contrainte, avant propagation d'une fissure principale et rupture ; en revanche pour le second essai à l'état vieilli 2 000 h et les deux essais à l'état vieilli 10 000 h, le durcissement est continu et la rupture finale en traction apparaît sans que la propagation d'une fissure principale ne se manifeste par une chute de contrainte. Aucune stabilisation de la contrainte n'apparaît. A plus bas niveau de déformation, l'acier H se durcit cycliquement jusqu'à stabilisation de la contrainte. Les courbes d'érouissage cyclique définies à 50 % N_R sont données sur les figures III.2.43.a et b pour les aciers E et H respectivement, où elles sont comparées aux courbes d'érouissage monotone.

Résistance à la fatigue oligocyclique

Les durées de vie obtenues sur les aciers E et H à 600°C sont représentées par les courbes $\Delta\epsilon_t - N_R$ sur la figure III.2.44. On voit que pour les deux aciers, la résistance à la fatigue oligocyclique à 600°C est réduite par un vieillissement prolongé à 600°C. Pour une même durée de vieillissement, cette résistance diminue à fort $\Delta\epsilon_t$ ($> 0,8$ %) lorsque la teneur en Azote augmente, tandis qu'elle n'est pas significativement modifiée à faible $\Delta\epsilon_t$ ($< 0,8$ %). Il faut noter de plus que la réduction de durée de vie due au sur-vieillissement a tendance à croître lorsque le niveau de déformation $\Delta\epsilon_t$ diminue.

Notons que les durées de vie des aciers E et H à 20°C et à 600°C ne sont pas comparables, les éprouvettes à froid et à chaud ayant des géométries très différentes. En particulier l'existence de collerettes sur les éprouvettes pour essais à chaud, provoque un amorçage préférentiel des fissures au pied des collerettes. Néanmoins cet inconvénient, imposé par l'extensométrie à chaud dont nous disposons, n'entrave en rien la comparaison des résultats à chaud.

III.2.2.2. Analyse des sous-structures de dislocations par microscopie électronique en transmission

Quelques échantillons cyclés à 600°C jusqu'à rupture à $\Delta\epsilon_t = 1,6$ % ont été examinés au microscope électronique en

Figure III.2.43

Courbes d'érouissage monotone et cyclique à 600°C

a - des aciers E-V et E-VV

b - des aciers H-V et H-VV

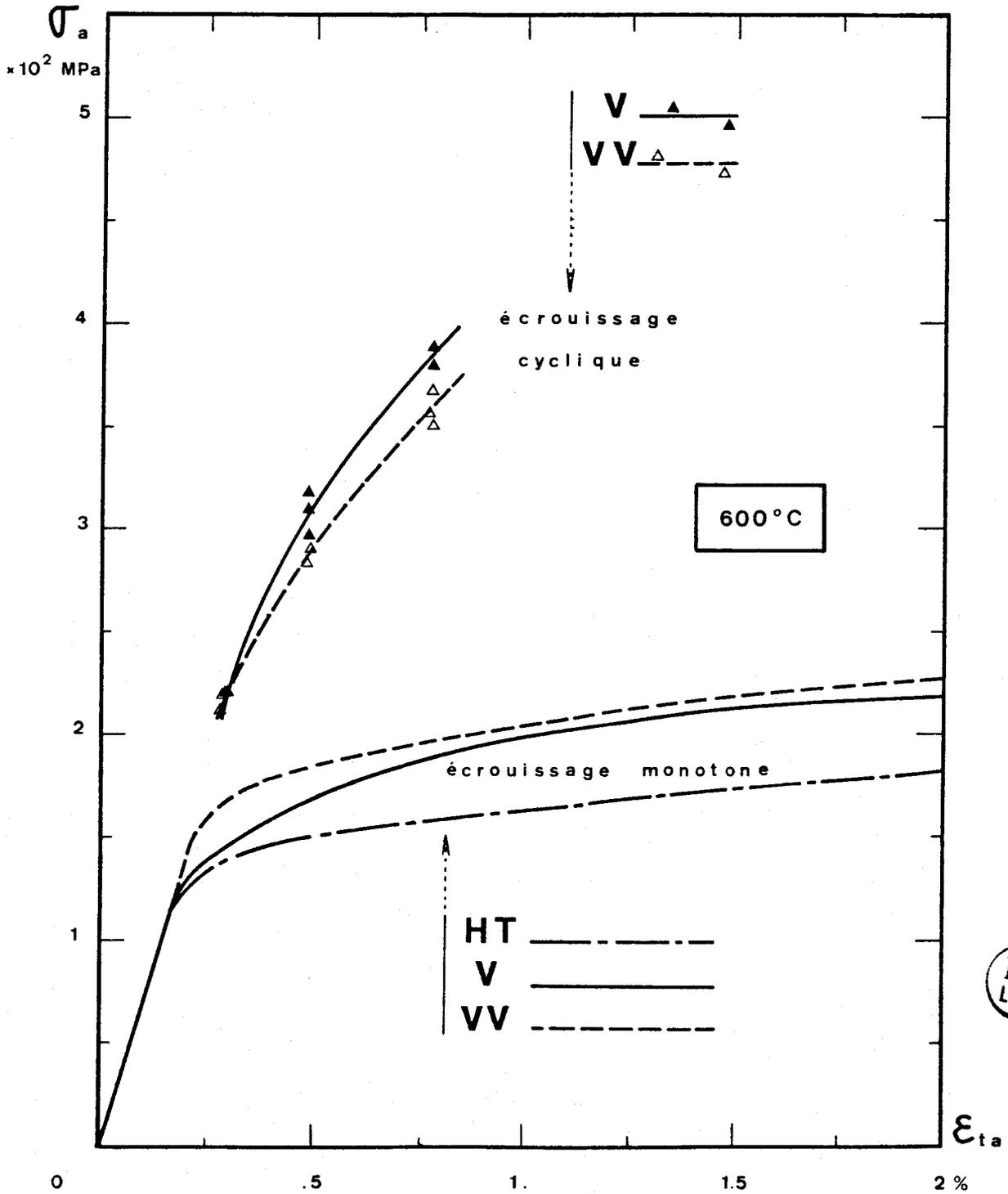


Figure III.2.43.a

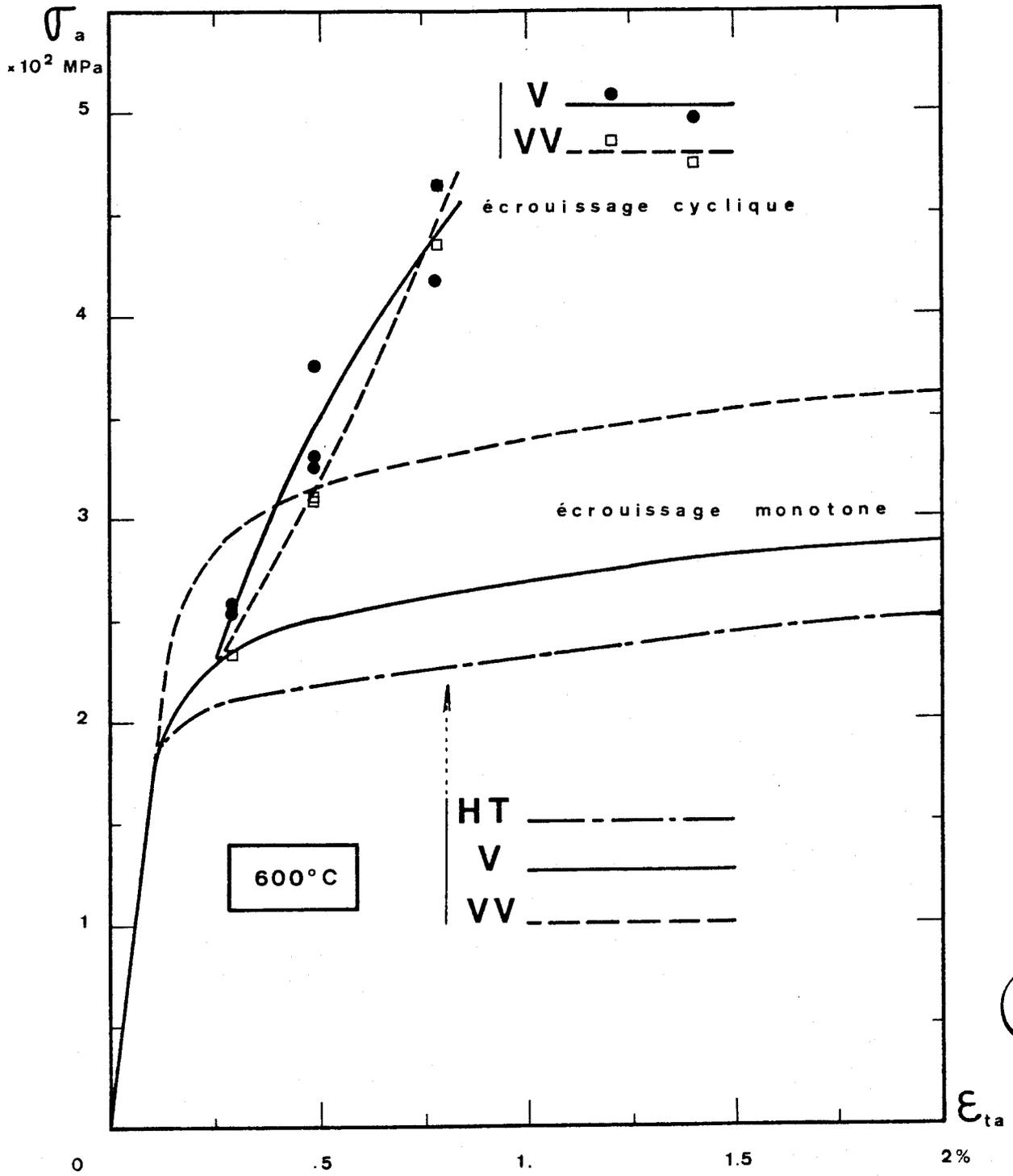


Figure III.2.43.b

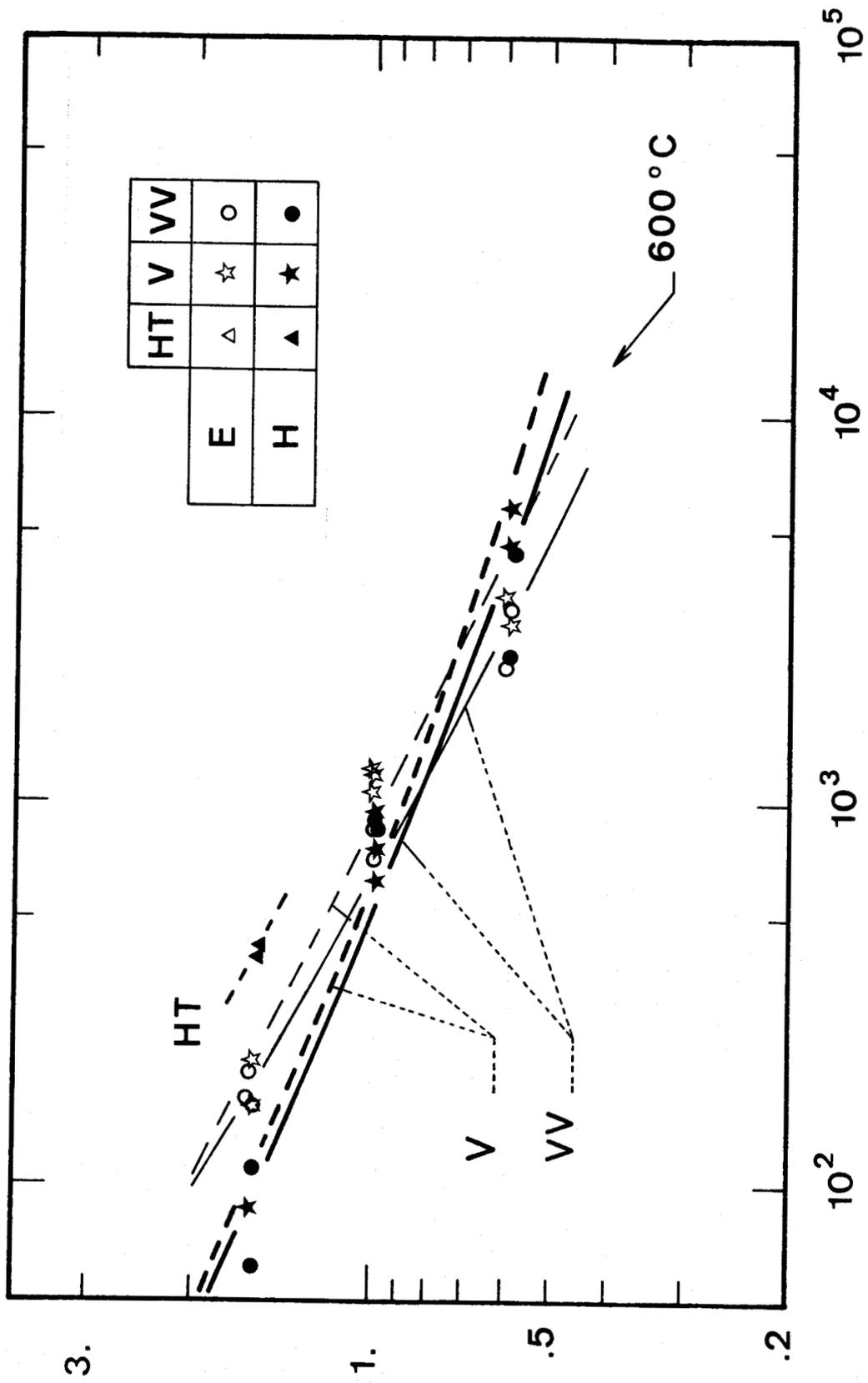


Figure III.2.44

Courbes de Manson - Coffin $\Delta\epsilon_t - N_R$
des aciers E et H vieillis fatigués à 600°C



transmission. Il s'agit de l'acier E vieilli 10 000 h, de l'acier H hypertrempé et de l'acier H vieilli 10 000 h.

Les sous-structures de dislocations observées après déformation cyclique à 600°C se différencient essentiellement de celles observées après fatigue à 20°C par la forte densité de dislocations distribuées de manière homogène. Cette caractéristique est clairement illustrée par les photos des planches III.2.4, concernant les deux aciers E et H. L'acier E - VV et l'acier H - HT montrent des arrangements de dislocations superposés à cette distribution uniforme. L'acier H hypertrempé présente des parois de dislocations assez parfaites dans 65 % des plages observées, et des réseaux plans dans les autres plages. L'acier E - VV présente des réseaux plans de dislocations dans 60 % des plages observées, et des cellules de dislocations encore très imparfaites, dans les autres plages.

III.2.2.3. Analyse des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage.

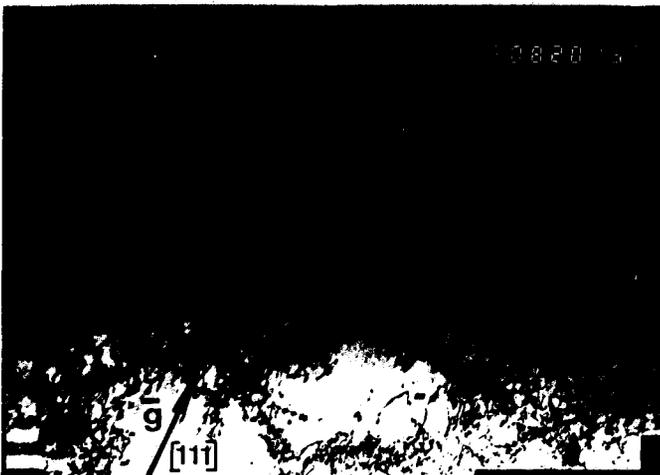
L'analyse des faciès de rupture en fatigue à 600°C a été menée par microscopie électronique à balayage. L'amorçage des fissures de fatigue a toujours lieu au pied d'une collerette et la propagation se fait par stries transgranulaires. Comme à 20°C, la zone de propagation couvre une aire du faciès d'autant plus importante que le niveau de déformation imposé est élevé ; seule la partie finale rompue en traction au dernier quart de cycle présente une morphologie fonction de l'acier et du traitement de vieillissement initial. Le caractère intergranulaire de cette rupture est d'autant plus marqué, comme le montre la figure III.2.45, que la teneur en Azote est élevée et que la durée du vieillissement est longue. Là encore se manifeste la fragilisation intergranulaire des aciers E et H vieillis, croissante avec l'intensité de la précipitation intergranulaire, c'est-à-dire avec la durée du vieillissement. La planche III.2.5 en présente quelques faciès caractéristiques.



- a - $0,5\mu\text{m}$



- b - $0,5\mu\text{m}$



- c - $0,5\mu\text{m}$



Planche III - 2-4-1

Sous-structures de déformation dans l'acier E vieilli 10 000 h à 600°C, cyclé à $\Delta\varepsilon_t = 1,6\%$ et $T = 600^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture

a - Réseaux plans superposés à une distribution continue de dislocations (60 % des plages observées)

b et c - Parois et cellules superposées à une distribution quasi-continue de dislocations (40 % des plages observées)

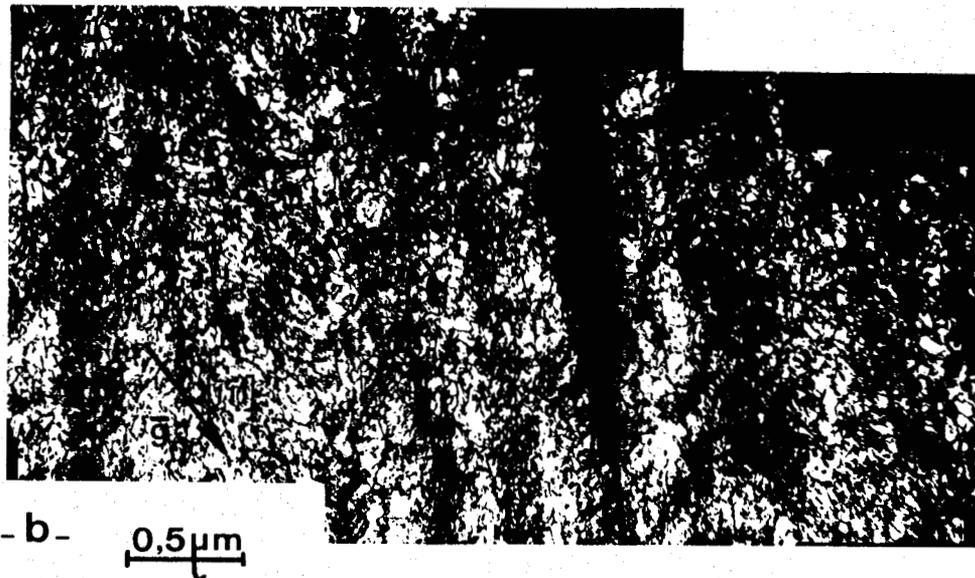
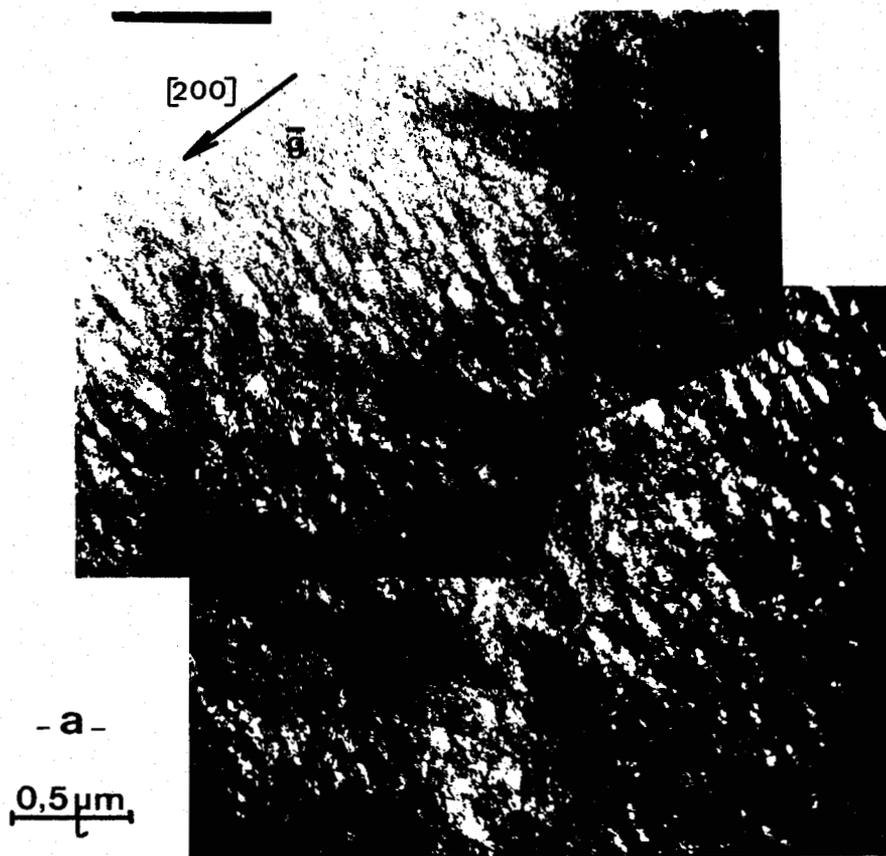


Planche III-2-4-2

Sous-structures de déformation dans l'acier H hypertrempé cyclé à $\Delta\epsilon_T = 1,6 \%$ et $T = 600^\circ\text{C}$ jusqu'à rupture

a - Parois et réseaux plans de dislocations superposés (65 % des plages observées)

b - Réseaux plans superposés à une distribution continue de dislocations (35 % des plages observées)



0,5 μm



Planche III-2-4-3

Distribution continue des dislocations dans l'acier H
vieilli 10 000 h à 600°C, cyclé à $\Delta\epsilon_t = 1,6 \%$ et
T = 600°C jusqu'à rupture

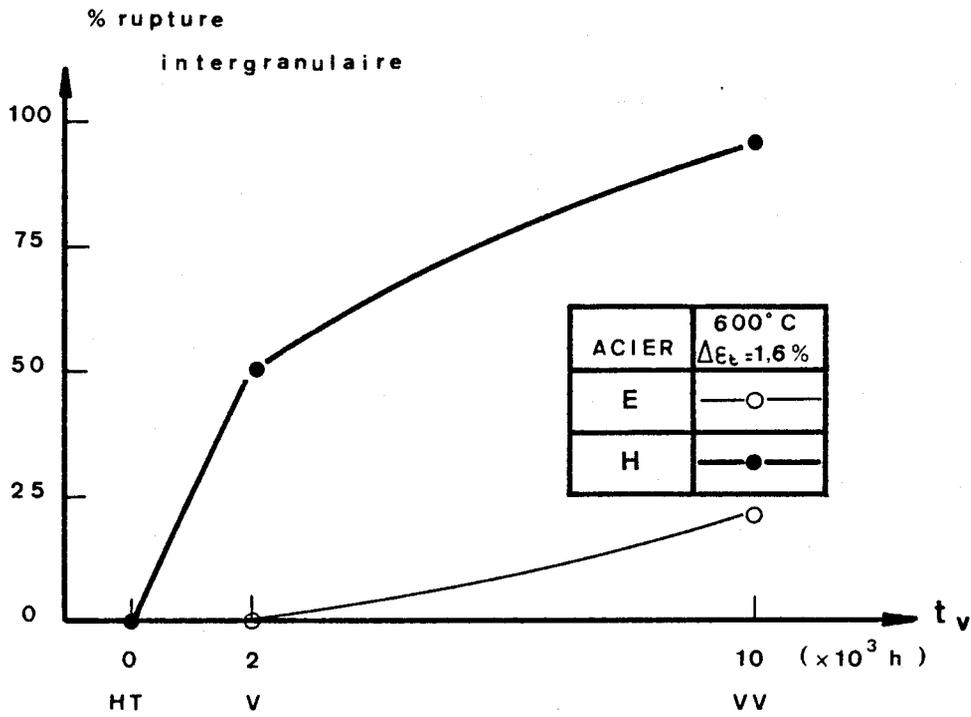
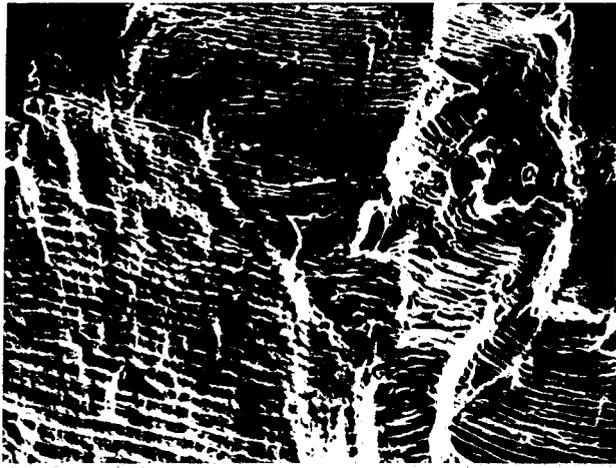


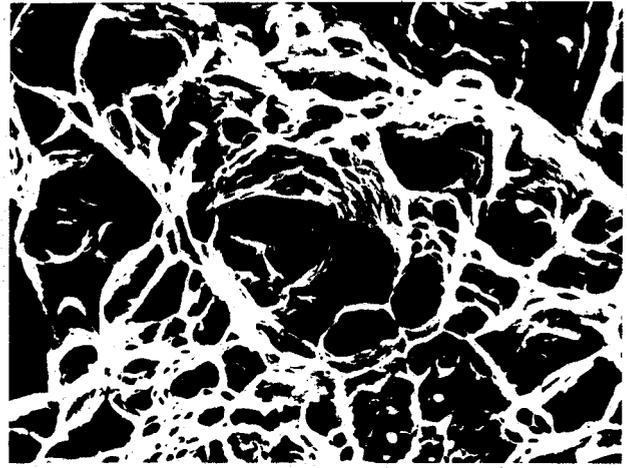
Figure III.2.45

Estimation du pourcentage de rupture intergranulaire sur les faciès de rupture finale en traction d'éprouvettes fatiguées à 600°C, en fonction du traitement thermique initial

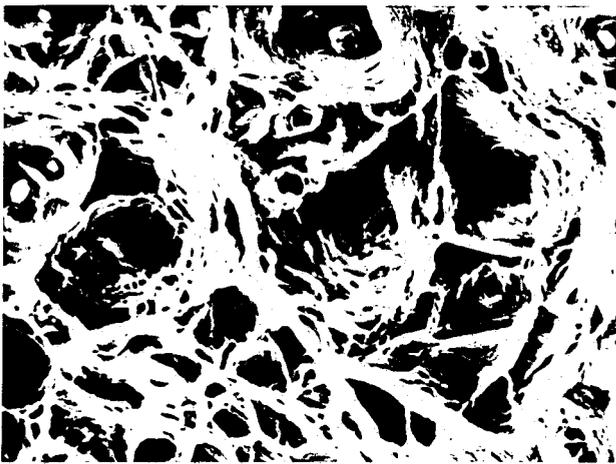




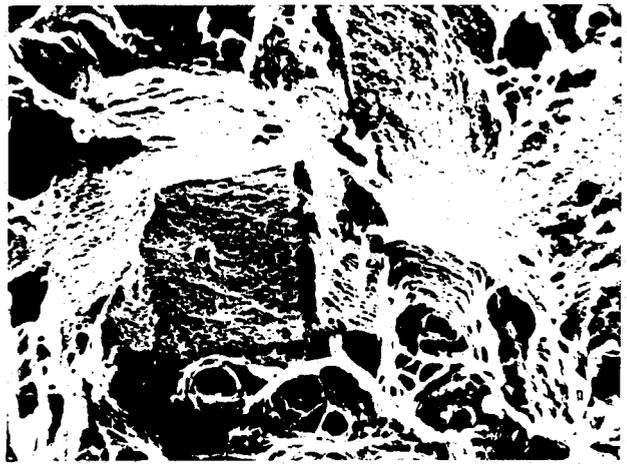
-a- E-V 50 μm



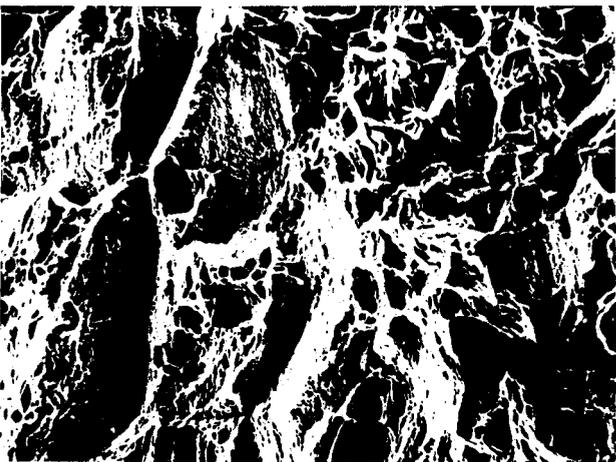
-b- H-HT 25 μm



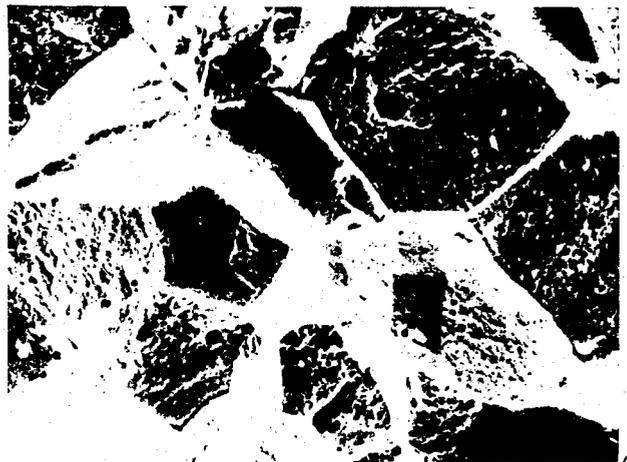
-b- E-V 25 μm



-b- H-V 25 μm



-b- E-VV 50 μm



-b- H-VV 25 μm

BU
LILLE

Planche III-2-5 - 600°C - $\Delta\epsilon_t = 1.6\%$

Faciès de rupture en fatigue oligocyclique

-a-zone rompue en fatigue. -b-zone rompue en traction.

III.2.2.4. Interprétation du comportement en fatigue oligocyclique à 600°C, des aciers E et H vieillis.

A 600°C, le durcissement d'accommodation des aciers étudiés est très intense (d'environ un ordre de grandeur plus élevé qu'à 20°C pour $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$). Ce comportement est associé à la très forte densité de dislocations réparties de manière homogène. Il peut vraisemblablement être attribué à un mécanisme de durcissement par forêt de dislocations. La forte densité homogène de dislocations témoigne de la forte mobilité des dislocations à haute température, comparée à celle à 20°C. Cette remarque est cohérente avec l'augmentation de l'énergie de faute d'empilement avec la température, et avec la plus forte mobilité des interstitiels à 600°C, confirmée par le fort effet Portevin-Le Châtelier. Il existe d'autre part une corrélation entre l'apparition de sous-structures de fatigue à 600°C, superposées au fond continu de dislocations, et la stabilisation de la contrainte.

Les observations des sous-structures de fatigue à 600°C portent sur un nombre trop réduit d'échantillons pour permettre une interprétation du rôle de l'Azote. La comparaison des sous-structures observées sur les aciers E et H vieillis 10 000 h ne peut expliquer la forte réduction de durée de vie de l'acier H par rapport à celle de l'acier E. Fatigué à 600°C sous $\Delta\varepsilon_t = 1,6 \%$, l'acier H vieilli 2 000 h ou 10 000 h à 600°C se rompt avant stabilisation de la contrainte, tandis que le durcissement ne dure pas plus longtemps que dans l'acier H hypertrempé, mais est plus intense. Sa durée de vie est alors environ cinq fois plus faible que celle de l'acier H hypertrempé. Compte tenu des observations en microscopie à balayage, nous attribuons la plus faible résistance de l'acier H vieilli, en fatigue à 600°C, à la précipitation intergranulaire. La plus grande fragilisation intergranulaire de l'acier H vieilli, jointe à la plus forte contrainte atteinte par durcissement cyclique, entraîne dans cet acier l'intervention plus rapide de la rupture en traction au dernier quart de cycle.

De la même façon, la réduction de durée de vie des aciers E et H, due au traitement de vieillissement préalable,

est expliquée, comme à 20°C, par une fragilisation des joints de grain.

La comparaison des courbes III.2.23 et III.2.45 montre que, tant en traction monotone qu'en fatigue oligocyclique, la rupture intergranulaire intervient plus tôt à 20°C qu'à 600°C. Ceci s'explique par la plus faible ductilité de la matrice à froid, qui accommode moins facilement les glissements aux joints de grains.

III.3. L'EFFET PORTEVIN - LE CHATELIER

III.3.1. ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

Durant la déformation des solutions solides métalliques, tant interstitielles que substitutionnelles, dans un certain domaine de températures, de déformations et de vitesses de déformation, des instabilités se manifestent sur la courbe contrainte - déformation, dont l'allure dépend par ailleurs de la rigidité de la machine de traction utilisée. Cet effet, constaté pour la première fois par Portevin et Le Châtelier en 1923 [81], est noté par la suite "effet P-LC". Il résulte de l'interaction dynamique entre dislocations et atomes mobiles de solutés.

Le phénomène P-LC se manifeste macroscopiquement, sur l'éprouvette, par les caractéristiques suivantes :

- . la déformation γ a essentiellement lieu par bandes successives
- . ces bandes se déplacent à grande vitesse
- . elles prennent naissance à un congé de raccordement
- . il s'agit d'un phénomène activé thermiquement
- . il y a durcissement du métal d'une bande à l'autre.

Les interprétations physiques proposées depuis 1953 sont diverses et encore discutées de nos jours. Elles reposent sur l'idée de base qu'à haute température, le temps nécessaire à la saturation d'une dislocation en atmosphère de solutés est très court ; aussi une dislocation mobile, arrêtée sur un nouvel obstacle, se sature très rapidement et ne peut alors plus repar-

tir. Ces théories prennent d'autre part en compte les caractéristiques physiques du phénomène, progressivement découvertes depuis 1923, à savoir :

- . l'hétérogénéité de la déformation (par bandes de déformation)
- . l'effet durcissant de l'interaction dislocations - atomes de solutés
- . la sensibilité négative de la limite élastique et de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation dans le domaine d'existence du phénomène :

$$\frac{d\sigma}{d\dot{\varepsilon}} < 0 \quad \text{tandis que} \quad \frac{d\sigma}{dT} > 0$$

- . la faible densité de dislocations dans les bandes (10^4 à 10^6 cm^{-2}) par rapport à celle du reste du matériau (10^9 à 10^{11} cm^{-2})
- . les limites du domaine d'existence du phénomène, définies dans le plan $\dot{\varepsilon} - T$ par

$$\dot{\varepsilon}_L = A \exp - \frac{Q_L}{R_T} \quad \text{limite inférieure}$$

$$\dot{\varepsilon}_H = B \exp - \frac{Q_H}{R_T} \quad \text{limite supérieure}$$

où les énergies d'activation Q_L et Q_H encadrent l'énergie d'activation de diffusion des atomes de solutés, mais en sont très éloignées

- . l'existence d'une déformation minimale nécessaire à l'apparition du phénomène
- . l'absence d'une forte densité de lacunes d'écrouissage à cette apparition
- . l'existence d'un fort mouvement collectif des dislocations lorsque l'effet P-LC se manifeste.

La première interprétation physique est proposée par Cottrell en 1953 [82]. Le phénomène P-LC serait un mécanisme d'interaction élastique dynamique des dislocations avec leurs nuages d'impuretés, à savoir un ancrage - désancrage des dislo-

cations de leurs atmosphères alors alternativement trainées et abandonnées. Un tel mécanisme, où les dislocations sont loin d'être saturées en atomes de solutés résulterait d'un vieillissement dynamique des dislocations, donc serait contrôlé par la diffusion de ces solutés. Le modèle de Cottrell calcule en fait la vitesse maximale que peut avoir une dislocation placée à la limite de son nuage, avant qu'elle n'échappe définitivement à son atmosphère, correspondant à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_C$ limite supérieure d'existence du phénomène P-LC.

Friedel [83] améliore ce modèle en supposant cette fois que les dislocations sont saturées en atomes de solutés ; il calcule alors la vitesse maximale d'une dislocation en fluage par traînage visqueux d'une atmosphère, correspondant à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_F$ limite inférieure d'existence du phénomène P-LC. On peut assimiler la limite supérieure de vitesse définie par Cottrell à $\dot{\epsilon}_H$, et la limite inférieure définie par Friedel, à $\dot{\epsilon}_L$.

La figure III.3.1 représente la synthèse de ces deux modèles. Elle définit le domaine d'existence du phénomène P-LC dans un plan $\text{Log } \dot{\epsilon} - \frac{1}{T}$, à savoir le domaine des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_F < \dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_C$ limité par les droites

$$\dot{\epsilon}_F = A \exp - \frac{Q_F}{R_T} \quad \text{et} \quad \dot{\epsilon}_C = B \exp - \frac{Q_C}{R_T} .$$

Mais pour justifier des forts coefficients de diffusion incriminés, ces modèles exigent, dans les solutions solides substitutionnelles, la présence d'une forte quantité de lacunes d'écrouissage, qui serait confirmée par la nécessité d'une déformation minimale critique ϵ_{cr} à l'apparition du phénomène P-LC. Mais d'une part les observations expérimentales ont mis en évidence qu'il n'y a pas sursaturation en lacunes d'écrouissage, et d'autre part les coefficients de diffusion obtenus sont environ 10^4 fois trop grands. De même les vitesses de dislocations obtenues par Korbel sur les laitons [84] sont beaucoup plus élevées que celles prédites par Cottrell et Friedel.

Un autre type de mécanismes est susceptible de donner naissance à un effet P-LC dans les solutions solides intersti-

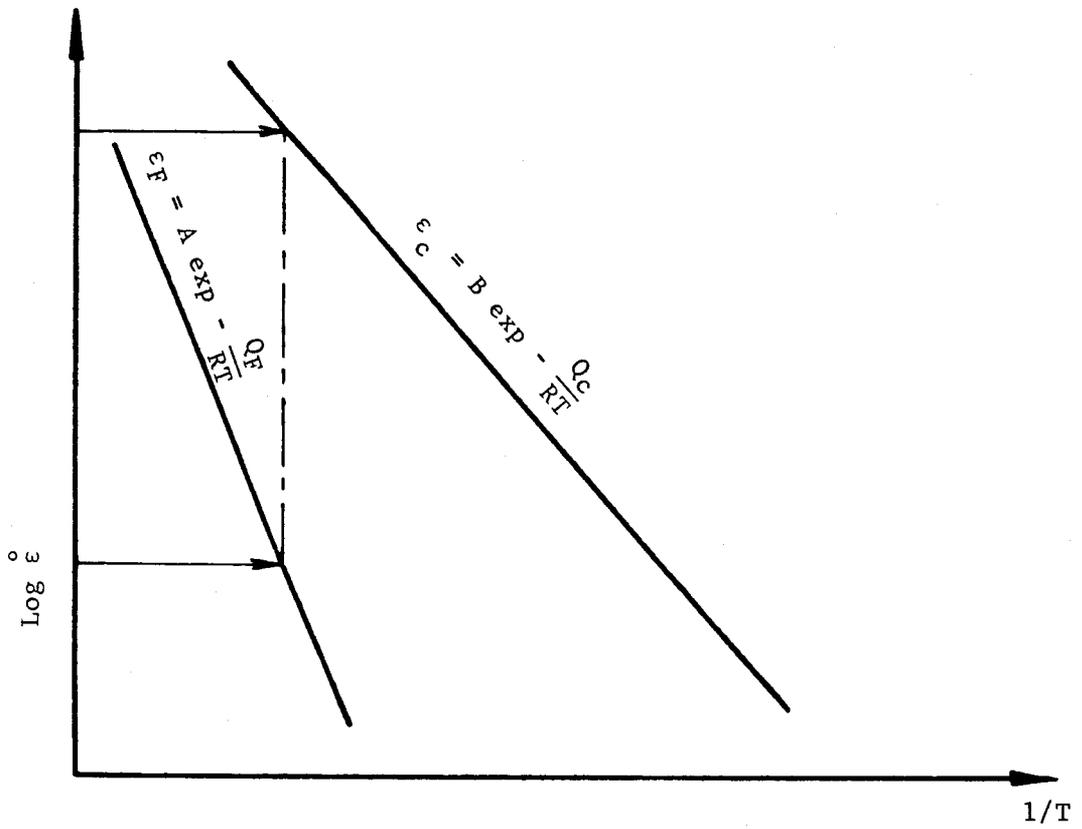


Figure III.3.1

Domaine d'existence du phénomène Portevin - Le Châtelier
et énergies d'activation aux limites
définies par Cottrell |82| et Friedel |83|



tielles. Il s'agit du blocage des interstitiels par un mécanisme de Snoek, à savoir une mise en ordre des atomes interstitiels par changement de sites d'insertion dans le champ de distorsion des dislocations, verrouillant alors ces dislocations ; ce mécanisme, dont la cinétique est très rapide, se manifeste par un pic de relaxation en frottement interne, et parfois par du phénomène P-LC dans le même domaine de température. Un blocage de Snoek des dislocations par rotation de paires lacune - Carbone expliquerait la cinétique très rapide des effets à basse température obtenus sur une austénite 30 % Ni + 0,12 % C [85] et dans le fer α avec C et N en solution [86]. Une telle mise en ordre de défauts ponctuels n'étant possible que si la symétrie du défaut est inférieure à celle du réseau, un interstitiel isolé occupant un site octaédrique dans une austénite ne peut participer à une mise en ordre qu'en présence d'autres défauts ponctuels voisins (substitutionnels, lacunes ou autres interstitiels), formant alors des dipôles élastiques (i-s ; i-l ; i-i).

Récemment, Odonera [87, 88, 89] propose une nouvelle théorie du phénomène P-LC, appelée "Théorie des amas". Il est évident que les lacunes créées par écrouissage facilitent la formation de précipités, microprécipités ou même d'amas d'atomes de solutés, quand leur concentration est proche de leur limite de solubilité. Si les dislocations, momentanément bloquées, reprennent leur mouvement en raison d'un accroissement de contrainte, les amas de solutés ("clusters") sont cisailés par les dislocations, dans leur plan de glissement, créant alors une déformation localisée. Cette théorie repose sur le fait que dans de nombreux alliages, le domaine de concentrations et températures où apparaît le phénomène P-LC se situe au voisinage des limites de solubilité des atomes de solutés, donc au voisinage des zones de précipitation. Néanmoins Odonera lui-même admet que cela n'est pas vrai pour certains alliages, tels les systèmes Cu - Mn et Cu - Ga.

L'interprétation donnée par Aubrun [90] puis calculée et vérifiée par Yoshinaga et al [91, 92, 93] par analogie avec les phénomènes de recristallisation dans les aciers, est qualitativement valable pour décrire l'effet P-LC. Elle est schématisée

quement représentée par les courbes force-vitesse ressenties par une dislocation (Fig.III.3.2) paramétrées en températures. A faible vitesse, la dislocation traîne son atmosphère de solutés qui la freine ("drag stress"), et aux fortes vitesses, elle se déplace à travers une distribution quasi-immobile de points durs dans le réseau cristallin ; elle ressent alors une force de friction de solution solide ("friction stress"). Enfin aux vitesses intermédiaires, la vitesse de diffusion des solutés limite le processus de traînage des atmosphères et les dislocations tentent de s'échapper de leurs nuages. Il y a désancrage dynamique ("break away") ; c'est le domaine où apparaît l'effet P-LC (figure III.3.3).

La critique adressée aux modèles précédents est qu'ils traitent du mouvement individuel des dislocations. En réalité, l'instabilité plastique nécessite l'activation simultanée d'un grand nombre de dislocations ; il est donc nécessaire d'analyser le phénomène P-LC du point de vue d'un comportement collectif des dislocations mobiles.

Le mouvement collectif de dislocations coplanaires parallèles a été analysé par Rosenfield et Hahn [94] et par Gilman [98]. Ils ont montré qu'il existe une forte différence de vitesses entre des dislocations se déplaçant individuellement (à faible densité de dislocations mobiles ρ_m), sans interaction mutuelle, et des dislocations se déplaçant collectivement (à forte densité de dislocations mobiles ρ_m) avec forte interaction mutuelle. Les premières peuvent être très rapides ; à la limite, quand ρ_m est très faible, une dislocation peut théoriquement atteindre la vitesse du son dans le matériau. Les secondes se déplacent beaucoup plus lentement.

Le phénomène P-LC se manifeste essentiellement dans les métaux à faible énergie de faute d'empilement, caractéristique qui favorise le mouvement plan des dislocations. Ceci infirme par ailleurs la théorie de Cottrell ; car l'interaction dislocation partielle - solutés est beaucoup plus faible que l'interaction dislocation parfaite - solutés, et la constriction des fautes d'empilement, nécessaire à la création des lacunes, est au moins

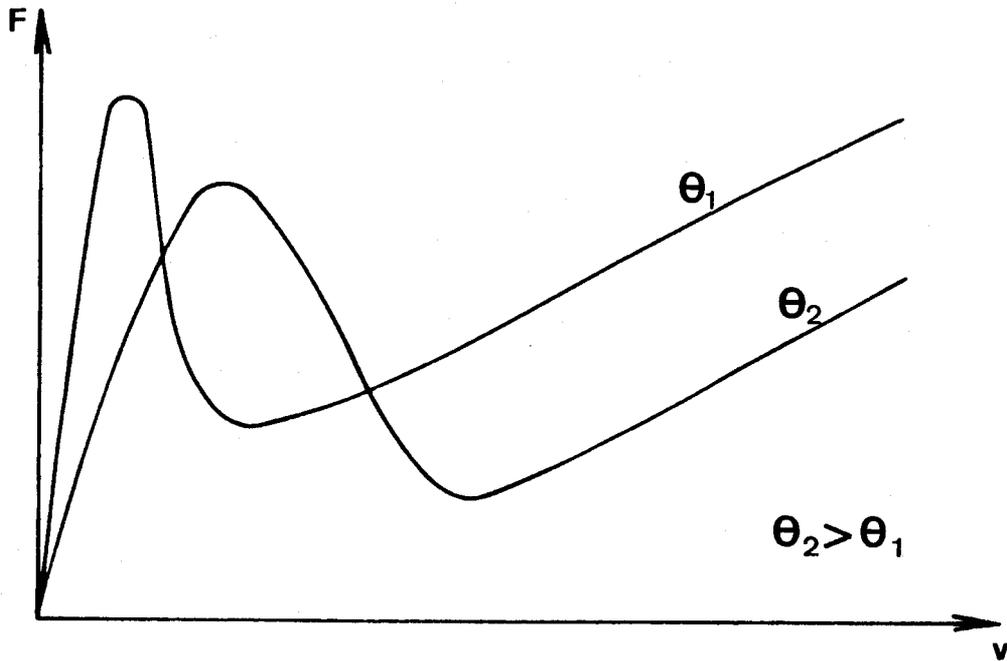


Figure III.3.2

Diagramme force - vitesse ressenties par une dislocation traînant une atmosphère de solutés, à différentes températures θ .

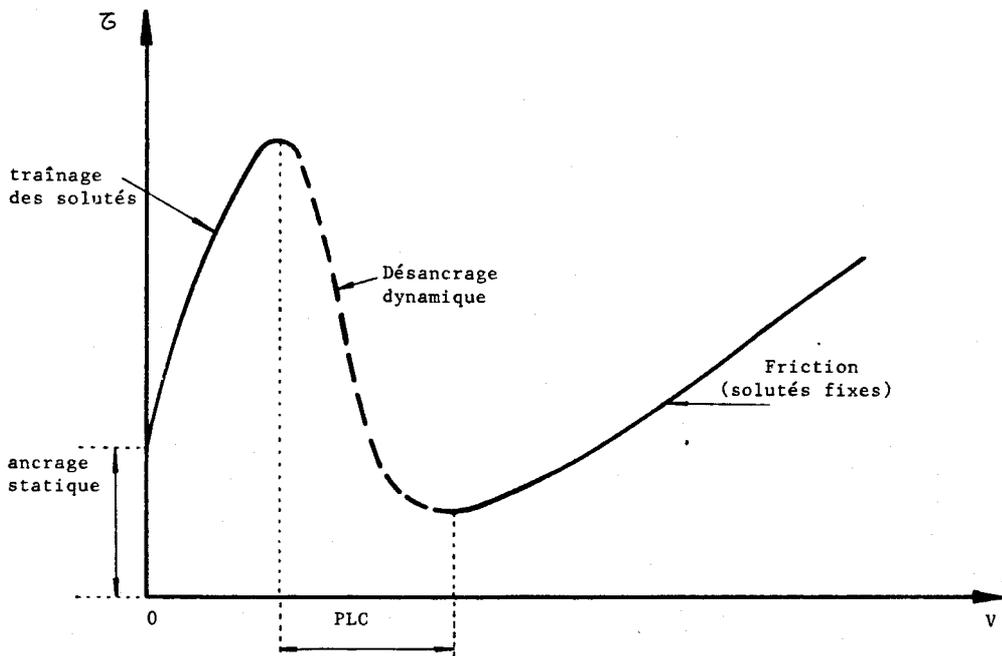


Figure III.3.3

Diagramme contrainte - vitesse ressenties par une dislocation dans un réseau contenant des atomes de solutés. Schéma résumant tous les types d'interaction possibles.

aussi difficile que le glissement dévié [94]. Plusieurs chercheurs ont effectivement constaté de nombreux empilements plans dans le domaine où apparaît l'effet P-LC [95, 96, 97]. Aussi, les théories actuellement développées traitent-elles du mouvement collectif des dislocations, et utilisent l'hypothèse de Gilman [98] d'existence de deux vitesses très différentes de dislocations, fonctions de leur densité. Cette hypothèse est schématisée sur la figure III.3.4. Le phénomène P-LC se manifeste dans la zone de transition, à savoir à partir d'une densité minimale de dislocations mobiles ρ_c .

Korbel [84, 95, 99] analyse de ce point de vue les instabilités de déformation dans les laitons. Par mesure des paramètres des bandes de déformation, il montre que l'effet P-LC apparaît pour une densité minimale de dislocations de 10^4 cm^{-2} . La densité des dislocations dans les bandes est donc faible mais croissante avec la déformation (10^4 cm^{-2} à $\epsilon = 0,5 \%$ et 10^6 cm^{-2} à $\epsilon = 5 \%$) et leur vitesse, sensiblement égale à celle de la bande, v est élevée mais décroissante avec la déformation (de 10^{-2} à 10^0 cm/s) ; en revanche la densité de dislocations dans le reste de l'éprouvette est de $10^9 - 10^{11} \text{ cm}^{-2}$.

D'autres caractéristiques du phénomène P-LC ont été discutées, en particulier la déformation minimale ϵ_{\min} à partir de laquelle les instabilités apparaissent ; les théories de Cottrell et de Friedel l'expliqueraient, comme nous l'avons déjà signalé par la nécessité d'avoir un minimum de lacunes d'écrouissage dans les solutions solides substitutionnelles pour assurer la forte diffusion des solutés vers les dislocations. Celle d'Odonera associe ϵ_{\min} au minimum de lacunes nécessaires à la formation des amas ou clusters. Enfin la théorie de Korbel explique ϵ_{\min} par la nécessité d'une densité minimale de dislocations pour obtenir un mouvement collectif, et expliquerait la disparition du phénomène au delà de ϵ_{\max} par une forte densité généralisée de dislocations dans les bandes et dans la matrice (plateau inférieur de la figure III.3.4). Très récemment Hayes [100, 101, 102] propose une interprétation originale des limites inférieure ϵ_{\min} et supérieure ϵ_{\max} d'existence du phénomène P-LC

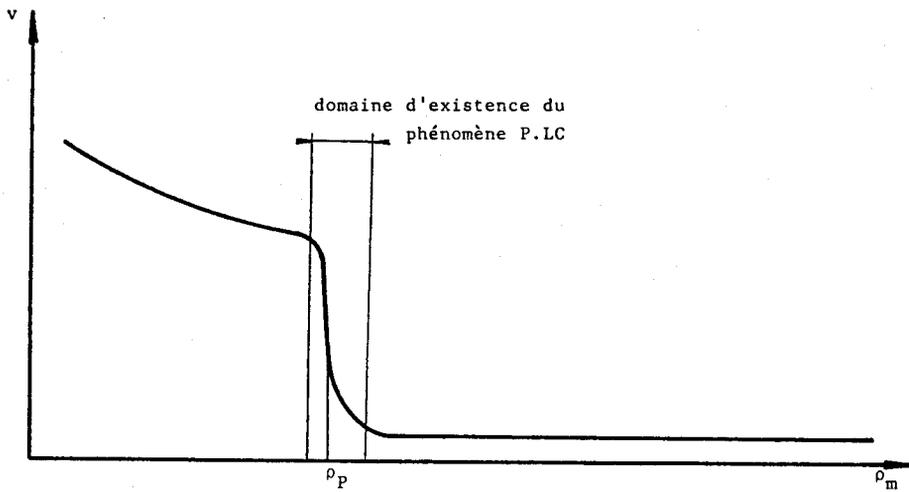


Figure III.3.4
Diagramme vitesse - densité de dislocations mobiles,
selon l'hypothèse de Gilman |98|,
et domaine d'existence du phénomène P-LC.

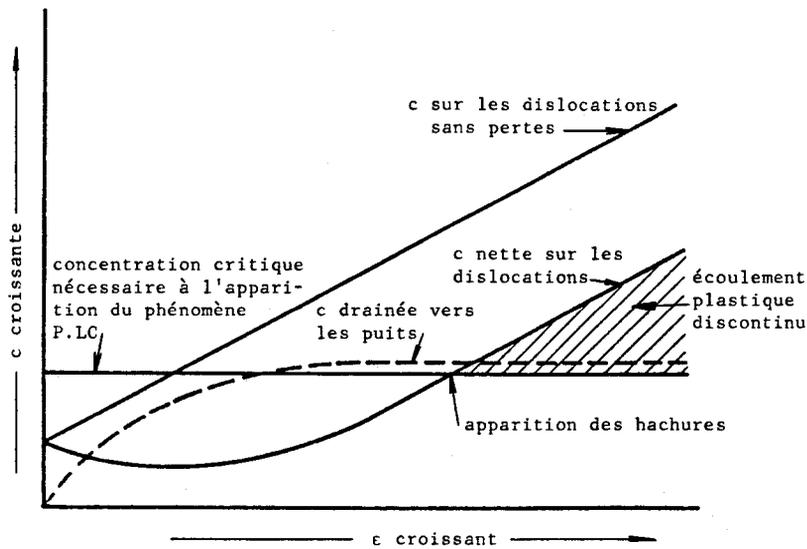


Figure III.3.5
Courbes de distribution hypothétique des atomes
de Carbone en fonction de la déformation,
expliquant le retard à l'apparition du phénomène P-LC.
(d'après Hayes |100|).

dans les alliages à base Nickel [100, 102], basée sur des mesures d'énergie d'activation à l'apparition et à la disparition du phénomène ; il applique ensuite sa théorie à deux aciers ferritiques. Dans les alliages Waspaloy (alliages base Nickel) durcis par précipitation d'une phase γ' , il montre que le délai d'apparition des instabilités croît avec la température mais décroît quand la vitesse de déformation et l'espacement des précipités augmentent. Le mécanisme gouvernant ϵ_{\min} est l'interaction entre le Carbone diffusant le long des dislocations et les précipités N_{i3} (Al, Ti) qui les ancrent [100]. Ce mécanisme, observé également dans les aciers AISI 1020 (0,20 % C) et 2 1/4 Cr - 1 Mo - (0,12 % C) [101] par interaction entre les atomes de Carbone et les carbures dispersés dans la matrice est représenté schématiquement sur la figure III.3.5. Le phénomène P-LC apparaît quand les "puits" (précipités) sont saturés en Carbone et que la quantité d'atomes de Carbone sur les dislocations est suffisante. La limite ϵ_{\max} est expliquée dans les Inconel 718 et 600 durcis par solution solide [102] par une réaction de précipitation sur les dislocations, des atomes de la matrice susceptibles de former des carbures avec les atomes de Carbone constituant les atmosphères de Cottrell. Le phénomène P-LC disparaît lorsque l'équilibre entre les vitesses de formation des atmosphères et de précipitation est atteint. Ce mécanisme est schématisé sur la figure III.3.6. La figure III.3.7 représente l'intervention simultanée des deux phénomènes, susceptible d'expliquer les délais d'apparition et de disparition du phénomène P-LC dans les aciers AISI 1020 et 2 1/4 Cr - 1 Mo.

Enfin une théorie cinématique récente de l'effet P-LC est proposée par G. Schoeck [103]. Pour lui, la diffusion joue un rôle considérable ; mais dans une description cinématique du phénomène, le paramètre essentiel, pour traiter du comportement collectif des dislocations, doit être la densité de dislocations mobiles ρ_m . Il reprend l'hypothèse de Mc Cormick [104] suivant laquelle les atmosphères de Cottrell se forment sur les dislocations pendant leur temps d'attente t_w aux obstacles, c'est-à-dire par un vieillissement statique et non dynamique comme le proposaient Cottrell et Friedel. Ceci est par ailleurs confirmé

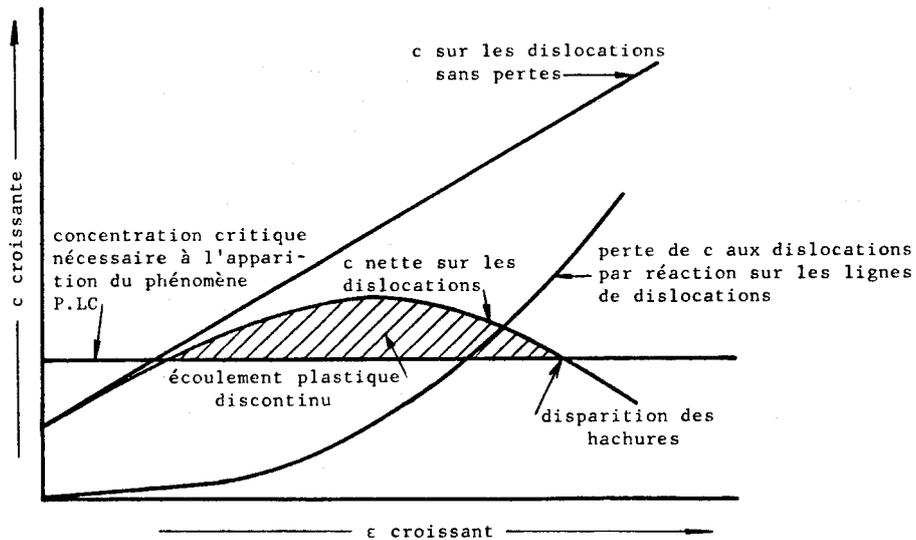


Figure III.3.6

Courbes de distribution hypothétique des atomes de Carbone en fonction de la déformation, expliquant la disparition du phénomène P-LC. (d'après Hayes |101|).

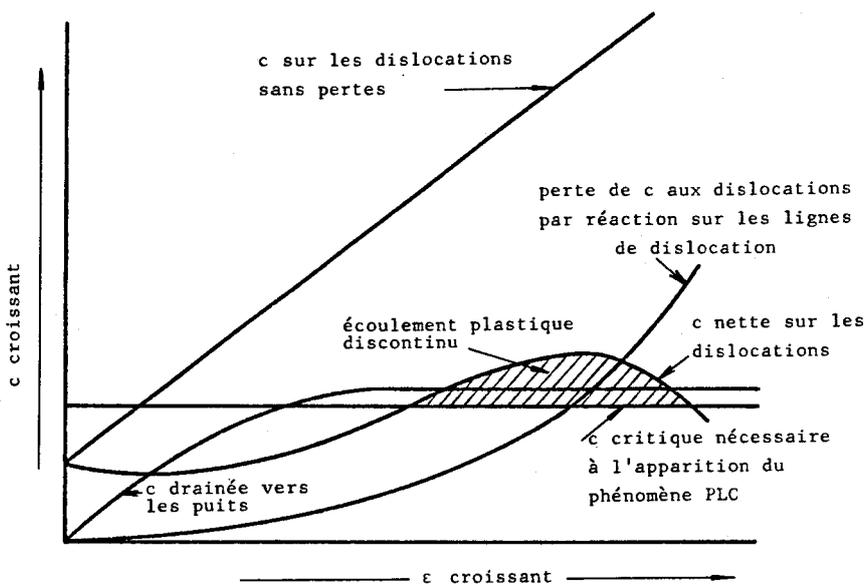


Figure III.3.7

Courbes de distribution hypothétique des atomes de Carbone expliquant conjointement le retard à l'apparition et la disparition du phénomène P-LC. (d'après Hayes |102|).

par les observations in situ en microscopie électronique en transmission faites par Tabata et al. [105] sur les alliages Al - Mg. Ils confirment que l'effet P-LC apparaît quand, un grand nombre de dislocations ayant été arrêtées et épinglées, elles surmontent les obstacles soudainement et collectivement ; il s'agit d'un mécanisme activé thermiquement. Les observations de Tabata montrent d'autre part que le temps moyen d'attente aux obstacles \bar{t}_w est très supérieur au temps moyen de parcours entre deux obstacles t_F , et que même après vieillissement, c'est toujours la victoire sur les obstacles locaux qui contrôle la vitesse de déformation. La vitesse de déformation macroscopique s'exprime alors par l'équation d'Orowan :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b \bar{v} = \rho_m \frac{\bar{l}}{\bar{t}_w} b \quad (1)$$

où ρ_m est la densité de dislocations mobiles
 b le vecteur de Burgers
 \bar{v} la vitesse moyenne des dislocations
 \bar{l} la distance moyenne entre deux obstacles
 \bar{t}_w le temps moyen d'attente aux obstacles

et où nous avons tenu compte du fait que $t_F \ll t_w$. Schoeck propose alors deux modèles :

i. Dans le premier modèle, il tient compte du durcissement des obstacles au cours du vieillissement en déformation, qui accroît à la fois \bar{t}_w et ρ_m . Le temps nécessaire à la saturation d'une dislocation en atomes de solutés est :

$$t_o = \beta b^2/D \quad (2)$$

où β est une constante
 b le vecteur de Burgers
 D le coefficient de diffusion du soluté

c'est-à-dire qu'une grande partie des dislocations est saturée en solutés au cours de leur vieillissement statique si $\bar{t}_w = t_o$, soit quand la densité de dislocations mobiles atteint

$$\rho_p = \frac{\beta \epsilon b}{\bar{I}D} \quad (3)$$

ce qui permet d'écrire :

$$\frac{\bar{t}_w}{t_o} = \frac{\rho_m}{\rho_p} \quad (4)$$

On admet alors que l'énergie U d'interaction dislocations - solutés varie avec ρ_m suivant la courbe définie sur la figure III.3.8.

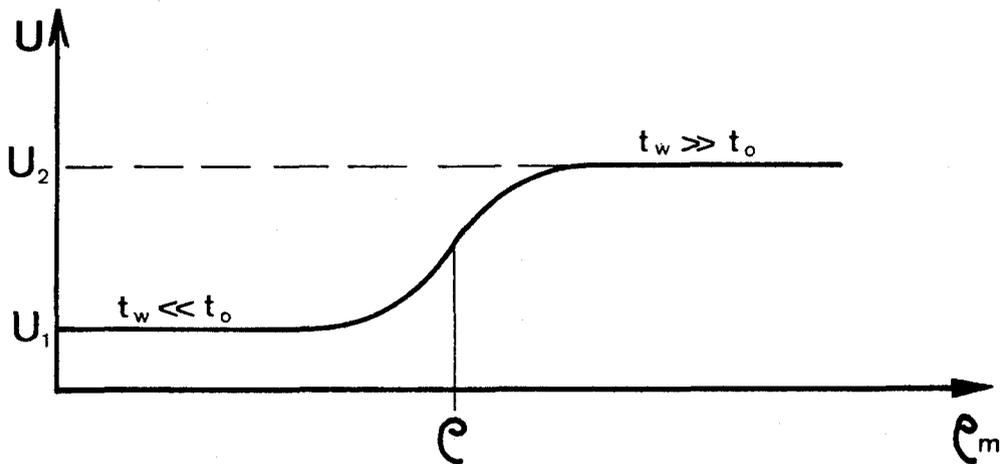


Figure III.3.8

Energie d'interaction dislocations - solutés en fonction de la densité de dislocations mobiles.

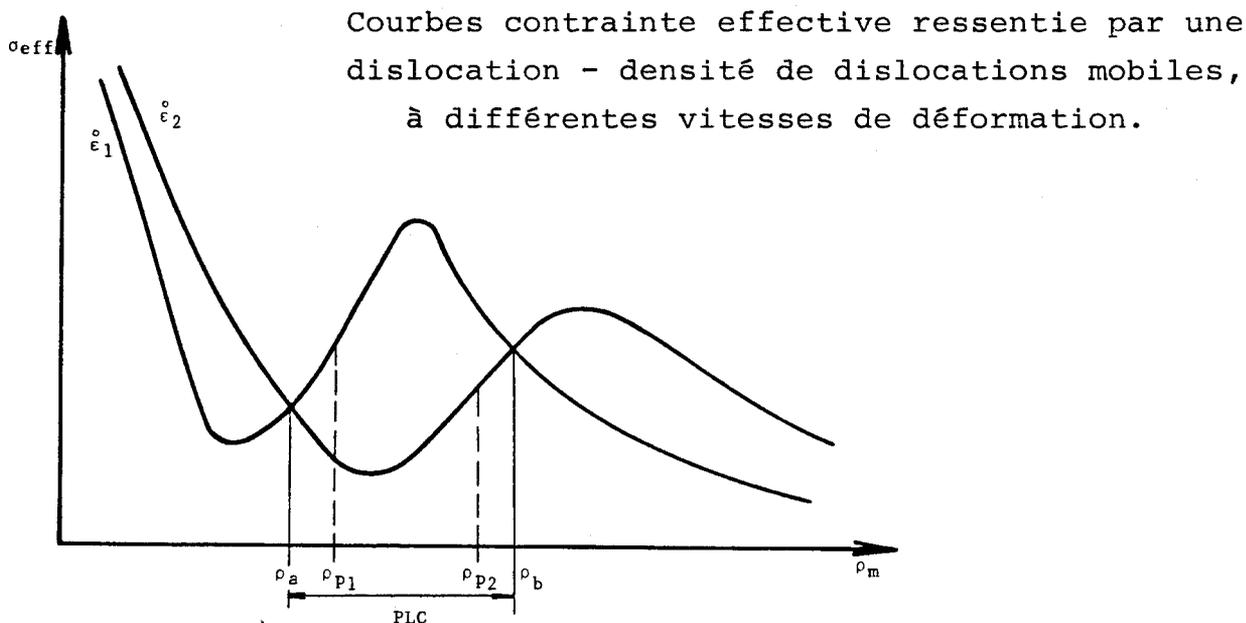
où U_1 est l'énergie à l'état non vieilli ($\bar{t}_w \ll t_o$) et U_2 l'énergie à l'état complètement vieilli ($\bar{t}_w \gg t_o$). En utilisant le modèle le plus simple de mouvement de dislocations activé thermiquement, il écrit

$$\bar{t}_w = v_o^{-1} \exp \left\{ \left| U \left(\frac{\bar{t}_w}{t_o} \right) - v \sigma_{eff} \right| / k T \right\} \quad (5)$$

où v_o est la fréquence de saut	k la constante de Boltzman
v le volume d'activation	T la température absolue.
σ_{eff} la contrainte effective	

A partir de la figure III.3.8 et de l'équation (5) il trace la courbe $\sigma_{\text{eff}} - \rho_m$ à vitesse de déformation donnée (figure III.3.9),

Figure III.3.9



qui fait apparaître une zone de sensibilité négative à $\dot{\epsilon}$, où se manifeste le phénomène P-LC ($\rho_a < \rho_m < \rho_b$), qui encadre les densités critiques ρ_{P1} et ρ_{P2} . Dans ce domaine, la densité de dislocations mobiles tend à croître brutalement en même temps que σ_{eff} , ce qui crée une déstabilisation.

ii. A l'opposé du premier modèle, où ρ_m est considérée comme une variable indépendante, Schoeck propose un second modèle où il tient compte de l'effet du vieillissement sur la densité de dislocations mobiles, c'est-à-dire de l'ancrage définitif des dislocations pour lesquelles $t_w > t_o$, qui quittent alors la population ρ_m . Il définit une densité de probabilité de temps d'attente $D(t_w)$ par

$$d\rho_m(t_w) = D(t_w) dt_w$$

qui est fonction du spectre de répartition des temps d'attente aux obstacles, et de la contrainte appliquée, de façon à adapter le temps moyen d'attente

$$\bar{t}_w = \frac{1}{\rho_m} \int_0^\infty t_w D(t_w) dt_w$$

à la vitesse de déformation imposée $\dot{\epsilon}$. La probabilité d'ancrage en un temps t_0 est alors définie par

$$p(t_0) = \int_{t_0}^\infty D(t_w) dt_w \left[\int_0^\infty D(t_w) dt_w \right]^{-1}$$

Pour une distribution classique des t_w , la variation de p avec ρ_m aura la forme définie à la figure III.3.10.

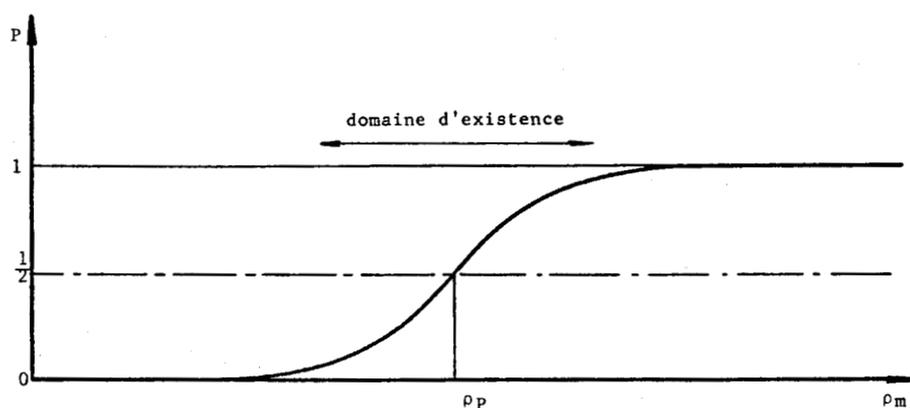


Figure III.3.10

Courbe probabilité d'ancrage d'une dislocation en un temps t_0 , en fonction de la densité de dislocations mobiles.

En tenant compte d'un arrêt définitif possible des dislocations sur des obstacles plus forts (précipités par exemple) après un parcours moyen L , il obtient la dérivée de ρ_m par rapport au temps

$$\frac{d(\rho_m/\rho_p)}{d(t/t_0)} = \frac{\bar{1}}{L} - p \left(\frac{\rho_m}{\rho_p} \right)$$

Si $\rho_m > \rho_p$, alors $t_w > t_0$ et toutes les dislocations sont stoppées après un ou plusieurs épinglages. Si seules les dislocations non saturées participent à la déformation, seule la région $\rho_m < \rho_p$ présente un intérêt. Dans cette région $\rho_m < \rho_p$, si avant d'atteindre un état d'équilibre défini par $\bar{\rho}_m$ et σ_e , la contrainte dépasse brutalement la contrainte critique de désancrage des dislocations vieilles, alors il peut se produire des instabilités du type Portevin - Le Châtelier.

En conclusion, il semble que des processus physiques différents peuvent conduire à une manifestation du phénomène P-LC. Il est probable que suivant la nature et l'état du matériau, un ou plusieurs mécanismes peuvent intervenir successivement ou simultanément, qui peuvent être essentiellement reconnus à partir des mesures d'énergie d'activation de l'apparition et de la disparition du phénomène.

III.3.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

Dans le domaine de température et vitesse de déformation où nous travaillons ($T = 600^{\circ}\text{C}$; $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3}\text{S}^{-1}$), les aciers inoxydables austénitiques type 316 manifestent un effet Portevin-Le Châtelier. Les deux aciers E (316 L) et H (316 LN) présentent en effet des hachures sur les courbes de traction monotone (figures III.3.11.a, b et c, et III.3.12.a, b et c) et sur les cycles d'Hystérésis $\sigma - \epsilon$ enregistrés en fatigue (figures III.3.13 et III.3.14) tant en traction qu'en compression. Bien qu'il existe une certaine dispersion dans l'intensité de ces hachures, nous pouvons néanmoins en tirer quelques caractéristiques qualitatives, légèrement différentes par ailleurs en traction monotone et en fatigue. Nous ne discuterons pas de la forme de ces hachures ; celle-ci dépend essentiellement du bâti de charge utilisé et est la même pour tous nos essais.

L'effet P-LC dans les austénites Fe - Ni - C, Fe - Ni - Cr et Fe - Ni - Cr - C a été étudié par Jenkins en 1969 [106]. Il détermine les énergies d'activation à l'apparition et à la disparition des hachures sur les courbes $\sigma - \epsilon$ de traction monotone (figure III.3.15). Ses conclusions sont les suivantes : dans le système Fe - Ni - C, l'interaction entre dislocations et paires lacunes - interstitiels conduit à un effet P-LC, entre 100 et 300°C ; dans le système Fe - Ni - Cr, des atmosphères de Chrome se forment au voisinage des dislocations, et provoquent l'effet P-LC entre 425 et 675°C ; enfin dans le système Fe - Ni - Cr - C, les deux effets précédents sont nécessaires pour expliquer l'effet P-LC qui apparaît entre 200 et 725°C, mais il faut y ajouter des interactions Cr - C, qui expliquent qu'il n'y a pas recouvrement des deux premiers domaines d'existence par le troisième.

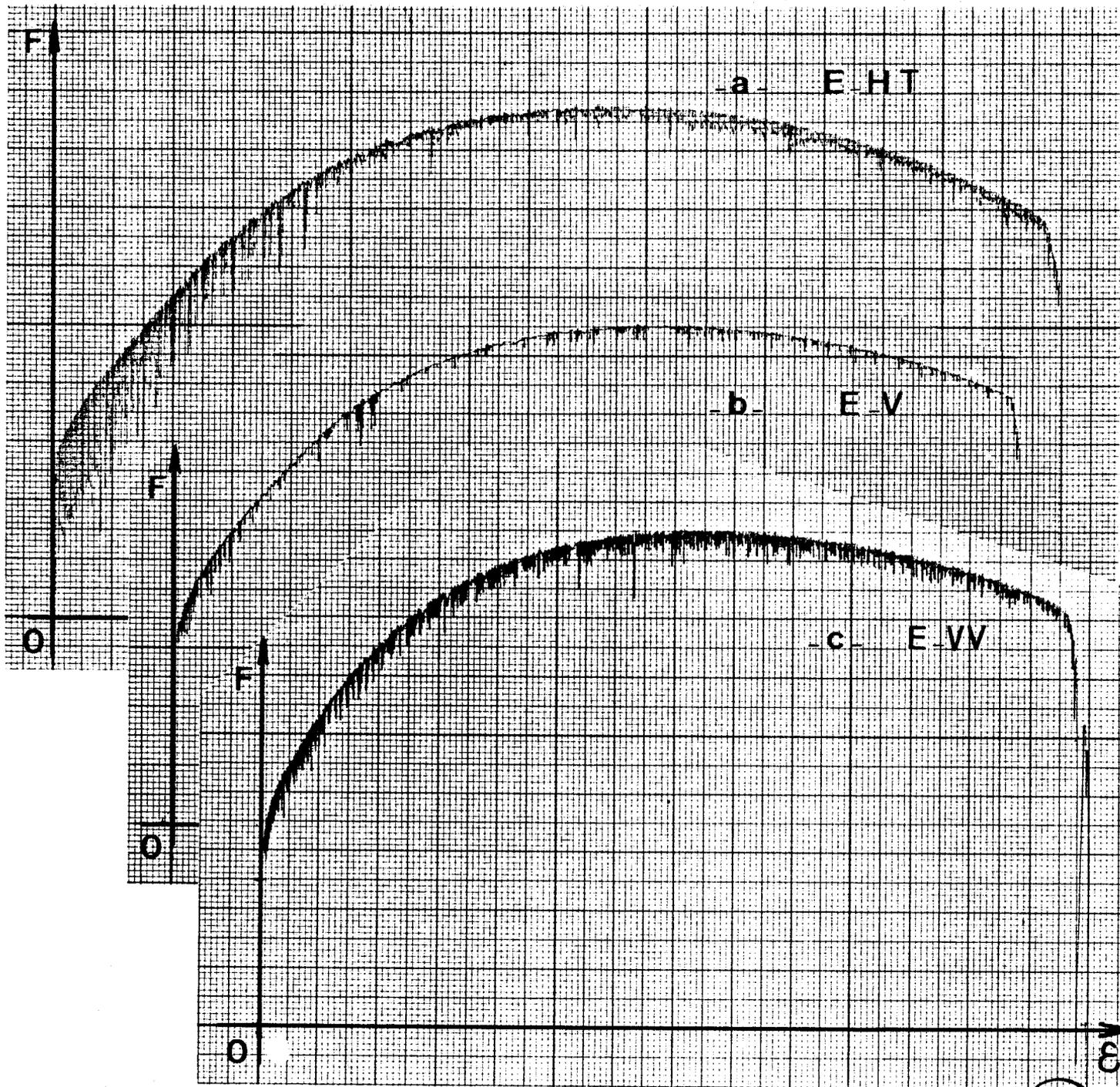


Figure III.3.11

Courbes de traction monotone de l'acier E à 600°C

et $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$

Effet Portevin - Le Châtelier.

a - dans l'acier E - HT.

b - dans l'acier E - V.

c - dans l'acier E - VV.



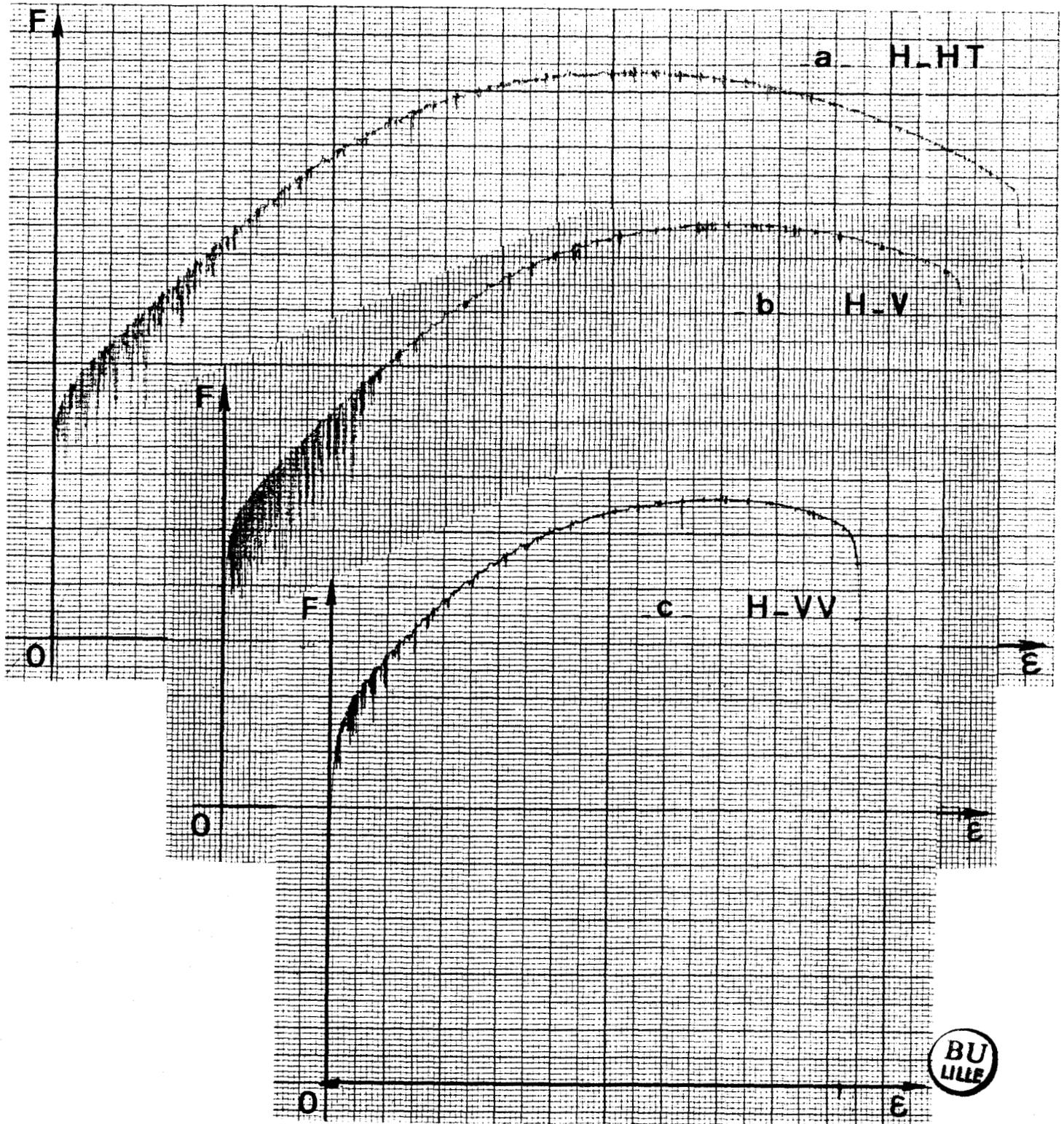


Figure III.3.12

Courbes de traction monotone de l'acier H à 600°C

et $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} S^{-1}$

Effet Portevin - Le Châtelier.

a - dans l'acier H - H.T.

b - dans l'acier H - V.

c - dans l'acier H - VV.

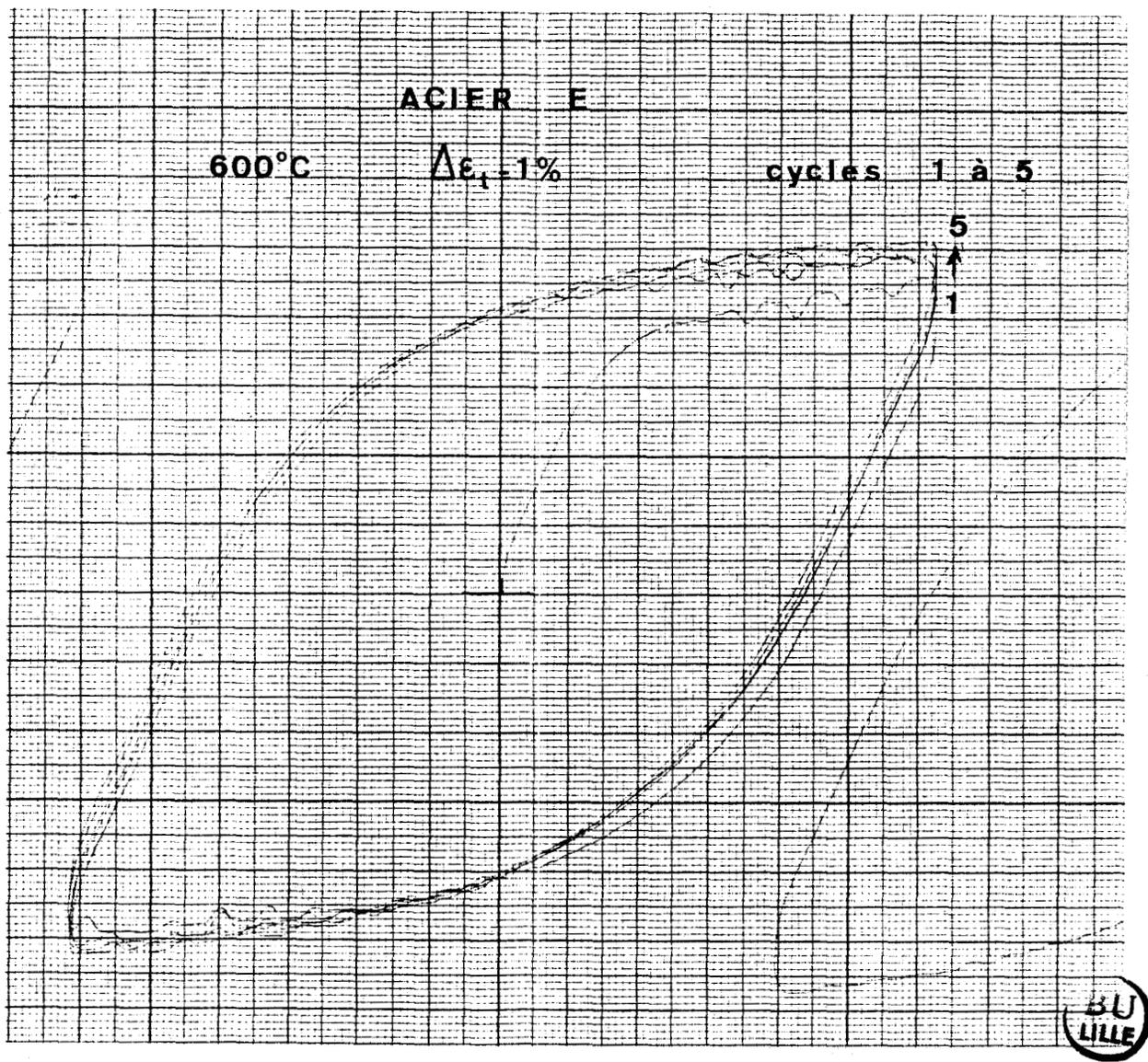
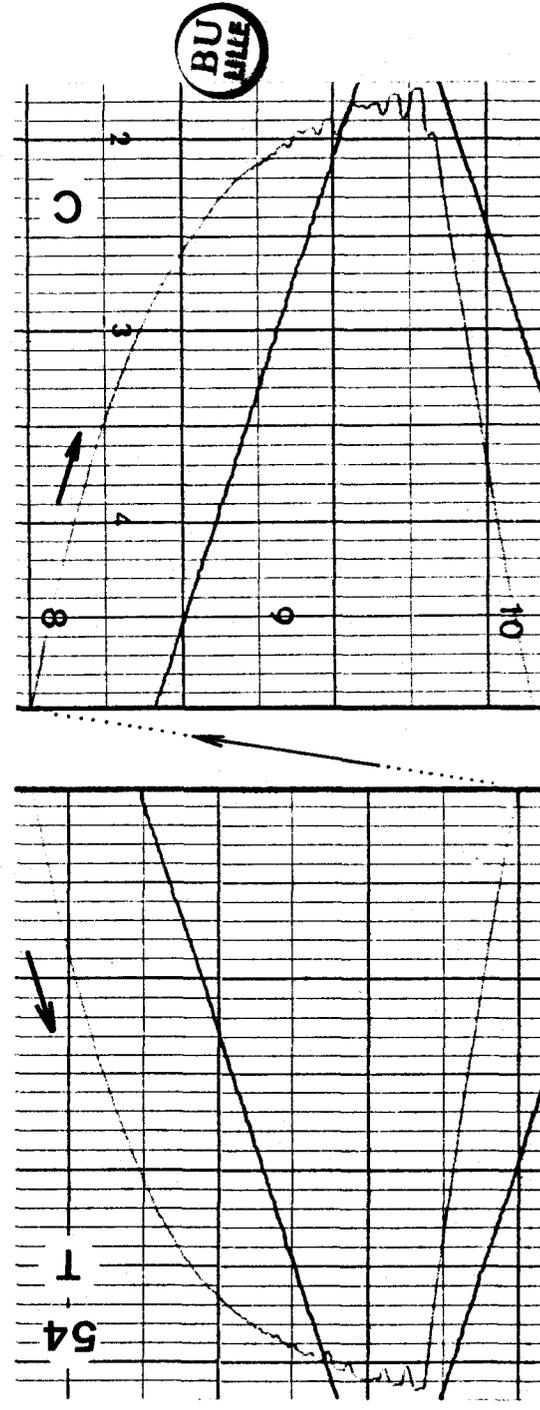
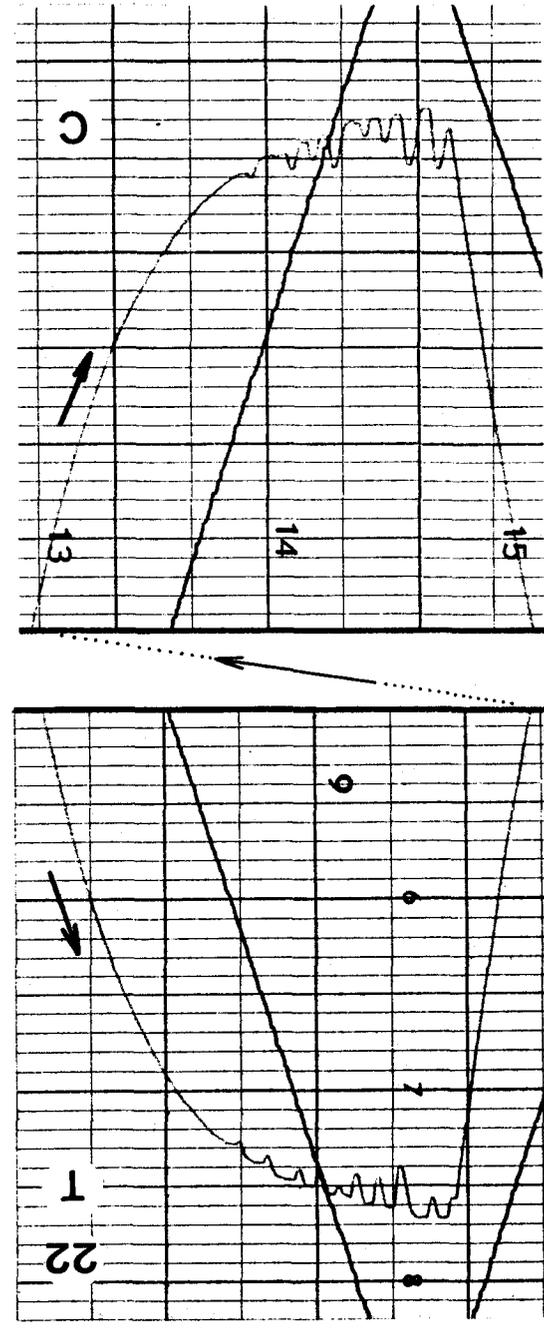
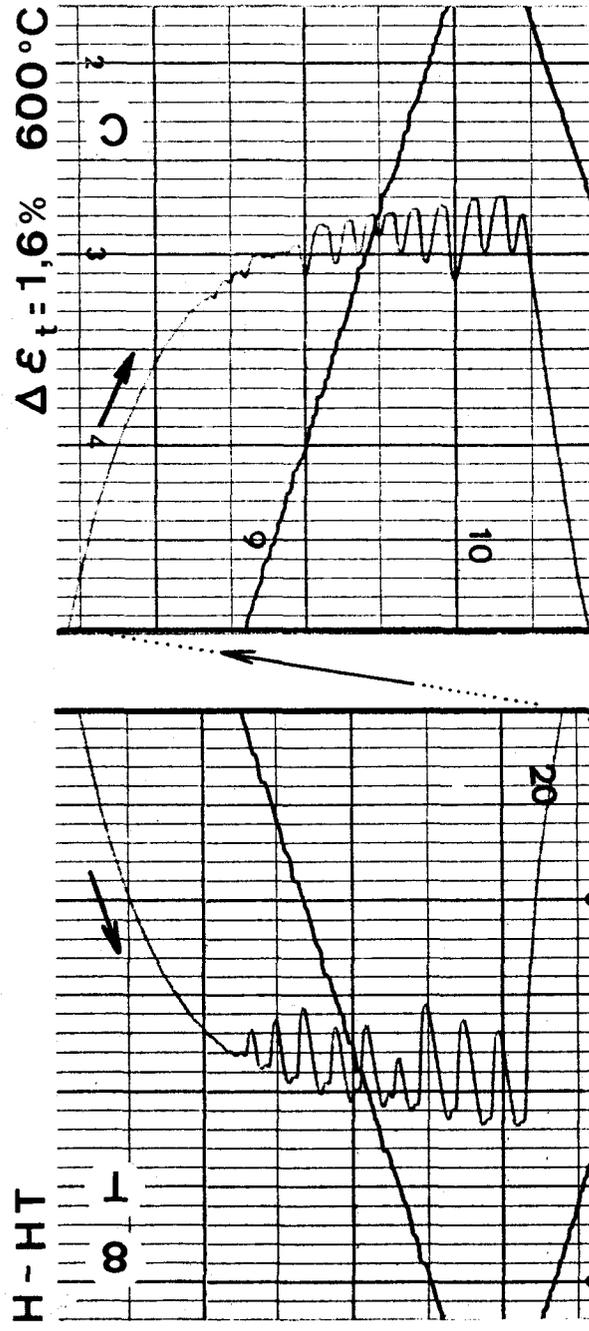


Figure III.3.13

Manifestation de l'effet Portevin - Le Chatelier, au cours des premiers cycles d'hystérésis d'un essai de fatigue oligocyclique

Figure III.3.14

Manifestation de l'effet Portevin - Le Chatelier, au cours des 8e, 22e et 54e cycles d'hystérésis d'un essai de fatigue oligocyclique



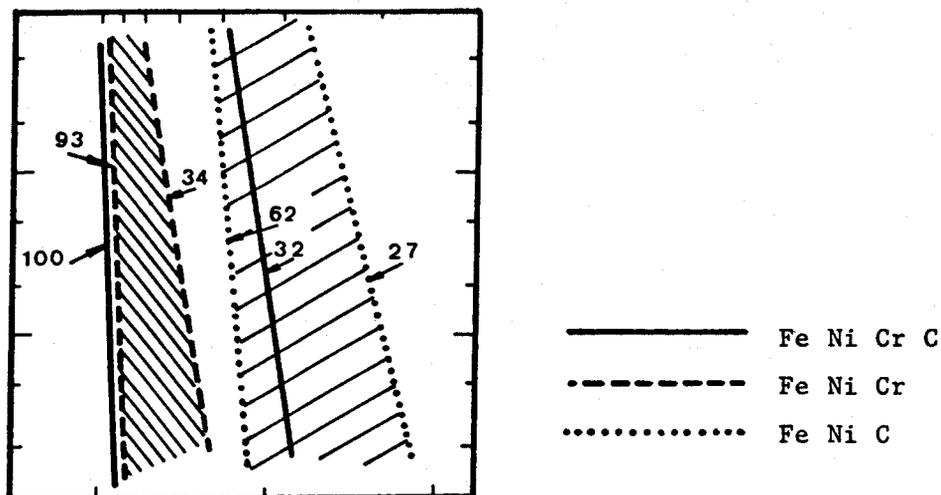


Figure II.3.15

Domaines d'existence du phénomène PLC et énergie d'activation en kcal/Mole pour 3 aciers austénitiques (d'après [106])

D'autre part la destruction de la symétrie cubique du site interstitiel a été mise en évidence dans les austénites Fe - N [107] et dans les austénites Fe - Ni - C [108]. Dans le premier cas, J. Foct a montré, par spectrométrie Mössbauer [109] et par frottement intérieur [110], l'existence et la relaxation de dipôles élastiques $i-l$ et $i-i$ dans un champ de contraintes. En présence d'atomes substitutionnels, la formation de dipôles interstitiels - substitutionnels a été confirmée par Lebienvu et Dubois dans l'austénite Fe - Cr - Ni - N [111]. Ces mécanismes peuvent constituer des blocages de Snoek des dislocations.

Pour notre part, nos essais amènent les constatations suivantes :

- EN DEFORMATION MONOTONE, l'intensité du phénomène P-LC, un peu plus importante sur l'acier E (0,026 % C ; 0,08 % N) que sur l'acier H (0,024 % C ; 0,250 % N) semble diminuer légèrement avec le temps de vieillissement ; elle s'atténue d'autre part au cours de la déformation, après $\epsilon = 18$ % sur les deux aciers hypereutectés, après seulement 10 % pour les deux aciers vieillis 2 000 h et pour l'acier H vieilli 10 000 h, tandis qu'elle semble constante jusqu'à rupture dans l'acier E vieilli 10 000h.

La déformation ε_c à l'apparition du phénomène n'est pas décelable à l'échelle de nos courbes.

- EN DEFORMATION CYCLIQUE, l'effet semble également plus intense sur l'acier E que sur l'acier H ; il paraît s'accroître avec le temps de vieillissement, et bien sûr avec le niveau de déformation. Au cours du cyclage, l'effet P-LC s'amortit fort au cours des premiers cycles de durcissement intense, puis s'amortit plus lentement jusqu'à stabilisation de la contrainte, et de la hauteur des hachures à un niveau très faible. Cet amortissement est par ailleurs signalé par Villagrana sur l'alliage 800 H |112|, par de Los Rios et Brown sur l'acier 316 à 550°C |113|, et par C. Gorlier sur les mono- et polycristaux de 316 L |38|.

Nous tentons d'expliquer certaines de ces caractéristiques à la lumière des théories précédemment citées. Pour cela, nous utilisons la formulation de Schoeck, dans laquelle le phénomène P-LC apparaît lorsque la densité de dislocations mobiles approche une densité critique ρ_p qui transforme les mouvements individuels en un mouvement collectif des dislocations, ou encore lorsque le temps d'attente des dislocations aux points d'ancrage faibles (défauts ponctuels, arbres de la forêt de dislocations) approche le temps t_o nécessaire à la saturation des dislocations en atmosphères de solutés. Par extension nous pouvons admettre que le phénomène P-LC s'intensifie quand ρ_m et t_w se rapprochent de ρ_p et t_o respectivement, de façon à ce que le nombre de dislocations susceptibles de participer à un désancrage collectif augmente. Le point de départ de notre discussion est encore l'équation d'Orowan :

$$\dot{\varepsilon} = \rho_m b \bar{v} = \rho_m b \frac{\bar{l}}{t_w}$$

Malheureusement si la densité des dislocations dans un matériau fatigué a parfois été évaluée, la densité de dislocations mobiles n'est accessible que par des mesures "in situ", et n'a jamais été mesurée en fatigue, à ma connaissance. Toute interprétation ne peut dès lors qu'être spéculative, et nous ne pouvons que proposer des hypothèses d'interprétation, à la lumière de la bibliographie.

A bas niveau de déformation et au premier cycle, la densité de dislocations mobiles ρ_m est faible, donc leur vitesse moyenne \bar{V} est forte et le comportement des dislocations est plutôt individuel. Les dislocations sont plutôt plus rapides que la diffusion des interstitiels, donc la formation des atmosphères de solutés est plutôt lente ; les interactions dislocations - atmosphères sont alors relativement faibles, de même que les contraintes et le durcissement. On est plutôt dans le cas d'une majorité des dislocations mobiles qui se déplace à travers un réseau quasiment immobile d'interstitiels. C'est-à-dire que \bar{t}_w est petit par rapport à t_o . Lorsque le niveau de déformation imposé augmente, toujours au premier cycle, la densité ρ_m augmente, donc la vitesse \bar{V} diminue, c'est-à-dire que \bar{t}_w croît et se rapproche de t_o , tandis que ρ_m se rapproche de ρ_p , ce qui intensifie le phénomène P-LC.

A même niveau de déformation, au cours du cyclage en fatigue, la densité de dislocations totale augmente d'abord fortement pour atteindre rapidement un maximum ; ces dislocations s'arrangent jusqu'à constituer une structure stable en réseaux plans ou en cellules, lorsque la stabilisation de la contrainte est atteinte. La densité de dislocations mobiles s'est alors stabilisée, et leur mouvement collectif est vraisemblablement fortement entravé par la sous-structure des dislocations. Ceci expliquerait pourquoi l'effet Portevin - Le Châtelier s'atténue fortement au cours de la phase d'accommodation, pour garder une faible intensité stable pendant la plus grande partie de la durée de vie correspondant à la phase stabilisée. De Los Rios [113] interprète cette atténuation dans le 316 hypertrempé, fatigué à 500°C, par une précipitation des atomes de Carbone sur les amas et parois de dislocations. La durée des essais étant très courte par rapport aux vieillissements préalables, nous ne pensons pas que cette interprétation soit valable pour nos essais sur les aciers vieillis.

L'effet P-LC semble d'autre part s'intensifier en fatigue avec le vieillissement, à même niveau de déformation et même teneur en Azote.

On peut admettre que pour une même durée de vieillissement et un même niveau de déformation, la densité de dislocations mobiles ρ_m est la même, par conséquent la vitesse moyenne des dislocations est la même. Or

$$\bar{v} = \frac{\bar{l}}{t_w}$$

et le vieillissement appauvrit la matrice en interstitiels, c'est-à-dire que la distance \bar{l} augmente. Par conséquent \bar{t}_w croît proportionnellement à \bar{l} . La densité critique de dislocations mobiles ρ_p étant inversement proportionnelle à \bar{l} , ρ_p diminue avec le temps de vieillissement. La quantité de solutés nécessaire à la saturation des dislocations en atmosphère de solutés étant faible, on peut admettre que t_0 , temps nécessaire à cette saturation, est indépendant de la concentration en interstitiels. Ces considérations vérifient la relation :

$$\frac{\bar{t}_w}{t_0} = \frac{\rho_m}{\rho_p},$$

Il est vraisemblable par conséquent que lorsque le temps de vieillissement augmente, \bar{t}_w se rapproche progressivement de t_0 , et ρ_p se rapproche de ρ_m , ce qui tend à accentuer l'effet P-LC.

L'hypothèse d'Hayes peut également expliquer ce phénomène d'intensification. Si le phénomène P-LC est gouverné par la diffusion des solutés vers les dislocations puis le long des dislocations vers les points d'ancrage forts (carbures, nitrures, ou carbonitrures précipités dans la matrice), le phénomène est d'autant plus intense que le nombre de ces obstacles est élevé ; il y a libération d'autant plus rapide des dislocations de leurs nuages, les parcours de diffusion étant plus courts ; il y aurait analogie entre l'intensification de l'effet P-LC et le délai moindre à son apparition, quand l'espacement entre les précipités diminue, c'est-à-dire quand la durée de vieillissement augmente. On peut aussi expliquer l'effet P-LC plus important dans l'acier E (0,080 % N) que dans l'acier H (0,25 % N) par la théorie cinétique de Schoeck. Supposons, comme précédemment, qu'à même niveau

de déformation imposée, et à même nombre de cycles, la densité de dislocations mobiles ρ_m soit la même quelle que soit la teneur en Azote, de même que le temps nécessaire à la saturation d'une dislocation. Alors dans l'équation d'Orowan

$$\varepsilon = \rho_m \frac{\bar{l}}{\bar{t}_w} b,$$

\bar{l} diminue quand la concentration en solutés augmente, donc \bar{t}_w diminue également, proportionnellement à \bar{l} ; en revanche ρ_p augmente. Les caractéristiques \bar{t}_w et ρ_m tendent alors à s'éloigner respectivement de t_o et ρ_p , ce qui expliquerait l'atténuation de l'effet P-LC. En revanche l'hypothèse d'Hayes ne permet pas d'expliquer ce phénomène.

En définitive, notre analyse se trouve limitée par le fait qu'elle s'appuie sur des essais expérimentaux qui a priori ne sont pas destinés à l'étude du phénomène P-LC. Elle reste spéculative et demande un approfondissement certain pour confirmer ou infirmer nos hypothèses, et préciser les phénomènes physiques et la nature des atomes incriminés dans ces mécanismes.

BIBLIOGRAPHIE
DU CHAPITRE III

- |1| F.B. PICKERING : "Physical Metallurgy and the design of steels". Applied Science Publishers LTD, (1978), London.
- |2| L.A. NORSTROM : "The influence of Nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316L austenitic stainless steel". Metal Science, (Juin 1977), pp.208-212.
- |3| K.J. IRVINE, D.T. LLEWELLYN, F.B. PICKERING : "High strength austenitic stainless steels". J. Iron Steel Inst., (Oct. 1961), pp.153-175.
- |4| D.L. DOUGLASS, G. THOMAS, W.R. ROSER : "Ordering, Stacking Faults and Stress Corrosion Cracking in Austenitic Alloys". Corrosion, (Janv. 1964), pp.15t-27t.
- |5| Y. NAKADA et A.S. KEH : "Solid-solution strengthening in Ni-C alloys". Metall. Trans., Vol. 2, (février 1971), pp.441-447.
- |6| J. FRIEDEL : International series of monographs on solid state physics. Vol. 3 : "Dislocations", (1967), chapitres XIII et XIV.
- |7| H. SUZUKI : "Solid Solution Hardening". ICSMA 5, Aachen, (1979), Vol. 3, pp.1595-1614.
- |8| N.F. MOTT, F.R.N. NABARRO : Bristol Conf., Phys. Soc., London, (1948).
- |9| M.A. MERCIER : "Aciers inoxydables austénitiques à caractéristiques mécaniques améliorées". Aciers Spéciaux, Vol. 10, (1969), pp.13-20.
- |10| R.P. REED, R.L. TOBLER, and J.W. ELMER : "Temperature dependence of flow strength of selected austenitic stainless steels". "Austenitic steels at low temperatures". Edited by R.P. REED and T. HORIUCHI, Plenum Press, New York and London, (1983), pp.105-116.
- |11| R.L. FLEISCHER : "Solution hardening by tetragonal distortions : Application to irradiation hardening in F.C.C. crystals" Acta Metall., Vol. 10, Sept. (1962), pp.835-842.

- |12| J.P. HIRTH : "The influence of Grain Boundaries on Mechanical Properties". Metall. Trans., Vol. 3, (déc. 1972), pp.3047-3067.
- |13| E.O. HALL : Proc. Phys. Soc. (London), 64B, (1951), 747.
- |14| N.J. PETCH : J. Iron Steel Inst., 174, (1953), 25.
- |15| G. CHAMPIER : "Joint et plasticité à froid". Ecole d'été de Métallurgie Physique : "Les joints de grains dans les matériaux". 20-28 Sept. 1984 - Carry Le Rouet.
- |16| J.C.M. LI et Y.T. CHOU : "The Role of Dislocations in the Flow Stress Grain Size relationships" Metall. Trans., Vol. 1, (Mai 1970), pp.1145-1159.
- |17| A.A. JOHNSON : "The Ductile - Brittle Transition in Body-centred Cubic Transition Metals". Philosophical Magazine, Vol. 7, (1962), pp.177-196.
- |18| M.F. ASHBY : "The deformation of plastically non - homogeneous materials", Philosophical Magazine, 21, (1970), pp.399-424.
- |19| M. DOLLAR, S. GORCZYCA : "The Effect of Grain Size on Polycrystal hardening". Scripta Metall., Vol. 16, (1982), pp.901-906.
- |20| M.A. MEYERS, E. ASHWORTH : "A model for the effect of grain size on the yield stress of metals". Philosophical Magazine, Vol. 46, (1982), N°5, pp.737-759.
- |21| T.L. JOHNSTON, C.E. FELTNER : "Grain Size Effects in the Strain Hardening of Polycrystals". Metall. Trans., Vol. 1, (Mai 1970), pp.1161-1167.
- |22| M.W. GRABSKI : "Effet de la structure des joints de grains sur la déformation plastique des polycristaux". Matériaux et Techniques, (Août-Sept. 1985), pp.E97-E108.

- [23] A.W. THOMPSON, M.I. BASKES, W.F. FLANAGAN : "The dependence of Polycrystal Work Hardening on Grain Size". Acta Metall., Vol. 21, (Juil. 1973), pp.1017-1028.
- [24] L.A. NORSTROM : "Influence of grain size on flow stress in an austenitic stainless steel". Scandinavian Journal of Metallurgy, 6, (1977), pp.145-150.
- [25] C.G. SCHMIDT, A.K. MILLER : "The effect of solutes on the strength and strain hardening behavior of alloys". Acta Metall., Vol. 30, (1982), pp.615-625.
- [26] G. THOMAS : "The effect of short-range order on stacking fault energy and dislocation arrangements in f.c.c. solid solutions". Acta Metall., Vol. 11, (1963), pp.1369-1371.
- [27] J.O. NILSSON : "The influence of nitrogen on high temperature low cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steels". Fatigue Engng. of Materials and Structures, Vol. 7, n°1, (1984), pp.55-64.
- [28] N. NAMURA, Y. KISHIMOTO, K. SHIBATA, T. FUJITA : "Effect of nitrogen on low cycle fatigue behavior of austenitic stainless steels". 102nd ISIJ Meeting, (Nov. 1981), lecture N°S1274.
- [29] S. DEGALLAIX, R. TAILLARD and J. FOCT : "Role of nitrogen interstitials in plastic fatigue of austenitic stainless steels". Fatigue 84.2nd International Conference on Fatigue and Fatigue Thresholds, 3-7 Sept. 1984.
- [30] R. FAWLEY, M.A. QUADER, R.A. DODD : "Compositional effects on the deformation modes, annealing twin frequencies, and stacking fault energies of austenitic stainless steels". Trans. A.I.M.E., Vol. 242, (Mai 1968), pp.771-776.

- |31| R.E. SCHRAMM and R.P. REED : "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels". Metall. Trans., Vol.6A, (1975), pp.1345-1351.
- |32| R.E. STOLTZ, J.B. VANDER SANDE : "The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe - Ni - Cr - Mn Steels". Metall. Trans., Vol. 11A, (1980), pp.1033-1037.
- |33| J.L. STRUDEL : "Influence de l'énergie de défaut d'empilement sur les propriétés mécaniques d'alliages industriels". J. Microsc. Spectrosc. Electron., Vol. 3, (1978), pp.337-356.
- |34| Y. ADDA, J.M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE : "Éléments de Métallurgie Physique. T.5, Déformation plastique", pp.1501-1529.
- |35| R. TAILLARD : "Etude de la précipitation de la phase intermétallique NiAl et du durcissement structural associé, dans des alliages inoxydables ferritiques à 19 % Cr". Thèse de doctorat d'Etat (Nov. 1979).
- |36| E. OROWAN : Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys. London, Inst. Met., (1948), p.451.
- |37| M.F. ASHBY : Rep. N°1966, (1966), Harvard Univ., Cambridge, Mass.
- |38| C. GORLIER : "Mécanismes de fatigue plastique de l'acier 316L sous formes monocristalline et polycristalline". Thèse de Docteur-Ingénieur, (déc. 1984).
- |39| A. PINEAU : "Mécanismes d'accommodation et de fissuration en fatigue oligocyclique". Mécanique, Matériaux, Electricité, n°323-324, (Nov.-Déc.1976), pp.6-14.
- |40| M. KLESNIL, P. LUKAS : "Fatigue of metallic materials". Materials Science Monographs, 7, (1980), Elsevier Scientific Publishing Company.

- |41| J.L. CHABOCHE, H. POLICELLA (ONERA); H.P. LIEURADE, M. TRUCHON (IRSID); J. LEMAITRE, P. RAINE (ENSET) : "Etude théorique et expérimentale de l'endommagement en fatigue sous état de contrainte multiaxial". Compte rendu DGRST 77-7-1765/6/7 - (Décembre 1979).
- |42| P. RAINE : "Sur l'endommagement de fatigue et les effets bénéfiques de l'écrouissage dans l'acier 316L à température ambiante". Thèse de 3e cycle, Paris VI, (Décembre 1980).
- |43| C. AMZALLAG, P. RABBE, G. GALLET, H.P. LIEURADE : "Influence des conditions de sollicitation sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques". Mém. et Et. Scientifiques de la Rev. de Metall. (Mars 1978).
- |44| P. PETREQUIN, M. MOLLET, C. AMZALLAG, P. RABBE, J. GRATTIER, S.H. MASSON, G. ROBERT, A. SILVENT : "Etude de l'interaction fatigue-fluage de deux aciers utilisés entre 500 et 600°C". (Acier 10CD9-10 et Acier Z3CND17-12). Contrat DGRST 76-7-1200.
- |45| J. GRATTIER : "Etude de la fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques du type 18-10 au Mo utilisés ou envisagés pour la fabrication des cuves de réacteur à neutrons rapides.
lère partie : Résultats obtenus à température ambiante sur la nuance VIRGO utilisée pour la cuve du réacteur PHENIX". Rapport EDF HC/PV D 326 MAT/C 13, (Novembre 1974).
- |46| S. DEGALLAIX, J. FOCT : "Comparaison des caractéristiques de fatigue plastique oligocyclique à température ambiante de trois aciers inoxydables austénitiques à l'état hypereffé". Rapport interne. (Mai 1981).
- |47| S. DEGALLAIX, J.B. VOGT, J. FOCT : "Influence de la teneur en Azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques". Mém. et Et. Scientifiques de la Rev. de Metall., (Nov. 1983), pp.619-633.

- |48| J.B. VOGT, S. DEGALLAIX, J. FOCT : "Low cycle fatigue life enhancement of 316L stainless steel by nitrogen alloying". International Journal of Fatigue, 6, N°4, (1984), pp.211-215.
- |49| J.B. VOGT : "Influence de la teneur en Azote sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 hypere trempés". Thèse de 3e cycle, Lille (Juillet 1983).
- |50| J.D. MORROW : "Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals". "Internal friction, damping and cyclic plasticity" ASTM STP 378, (1964), pp.45-87.
- |51| G.R. HALFORD : "The Energy required for Fatigue". Journal of Materials, Vol. 1, N°1, (Mars 1966), pp.3-18.
- |52| V. KLIMAN, M. BILBY : "Hysteresis energy of cyclic loading". Materials Science and Engineering, 68, (1984), pp.11-18.
- |53| A. ABEL, H. MUIR : "The Bauschinger effect and stacking fault energy". Philosophical Magazine, Vol. 27, N°3, (mars 1973), pp.585-594.
- |54| P. RABBE : "L'amorçage des Fissures de Fatigue" dans "La Fatigue des Matériaux et des Structures". C. BATHIAS, J.P. BATLON, (1980), pp.71-105.
- |55| A.J. Mc EVILY, Jr. and R.C. BOETTNER : "On fatigue crack propagation in F.C.C. Metals". Acta Metall., Vol. 11, (Juil. 1963), pp.725 à 743.
- |56| J. AWATANI, K. KATAGIRI, KOYANAGI : "A study on the effect of stacking fault energy on fatigue crack propagation as deduced from dislocation patterns". Metall. Trans., Vol.10A, (Avril 1979), pp.503-507.
- |57| C. BATHIAS, R.M. PELLOUX : "Fatigue crack propagation in martensitic and austenitic steels". Metall. Trans., Vol. 4, (Mai 1973), pp.1265-1273.

- [58] A. SAXENA, S.D. ANTOLOVITCH : "Low cycle fatigue, fatigue crack propagation and substructures in a series of polycrystalline Cu-Al alloys". Metall. Trans., Vol. 6A, (sept. 1975), pp.1809-1828.
- [59] C. LAIRD, G.C. SMITH : "Crack propagation in high stress fatigue". Philosophical Magazine, Vol. 7, (1962), pp.847-857.
- [60] C. LEVAILLANT : "Approche Métallographique de l'endommagement d'aciers inoxydables austénitiques sollicités en fatigue plastique ou en fluage : description et interprétation physique des interactions fatigue - fluage - oxydation". Thèse de Doctorat d'Etat, (Juin 1984).
- [61] K. YAMAGUCHI and K. KANAZAWA : "Crack propagation rates of austenitic stainless steels under high-temperature low-cycle fatigue conditions". Metall. Trans., Vol. 10A, (Oct.1979), pp.1445-1451.
- [62] P.C. PARIS and F. ERDOGAN : J. Basic Eng., (1963), Vol. 85, pp.528-534.
- [63] R.L. TOBLER, R.P. REED : "Interstitial carbone and nitrogen effects on the cryogenic fatigue crack growth of AISI 304 type stainless steels". Journal of Testing and Evaluation, Vol. 12, N°6, (Nov. 1984), pp.364-370.
- [64] J. MASOUNAVE, J.P. BATLON, J.I. DICKSON : "Les lois de fissuration par fatigue" dans "La Fatigue des Matériaux et des Structures". C. BATHIAS, J.P. BATLON, (1980), pp.210-236.
- [65] K.J. MILLER : "The short crack problem". Fatigue of Engineering Materials and Structures. Vol. 5, N°3, (1982), pp.223-232.
- [66] A. PINEAU : "Short fatigue cracks and crack closure". Proceeding of the 5th European Conference on Fracture. Lisbon (17-21 sept. 1984), pp. 3-17.

- |67| J. LANKFORD : "The influence of microstructure on the growth of small fatigue cracks". Fatigue and fracture of Engineering Materials and Structures. Vol. 8, N°2, (1985), pp.161-175.
- |68| T. MAGNIN, L. COUDREUSE, J.M. LARDON : "Approche physique quantitative des différents stades d'endommagement en fatigue plastique". Mém. et Et. Scientifiques de la Rev. de Metall., (Sept. 1985), p.13.
- |69| R.M. PELLOUX, R.E. STOLTZ : "Optimization of microstructures for fatigue resistant engineering alloys". In Proceedings of 3rd International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Nancy (1976), Vol. 3, pp.1023-1036.
- |70| J.C. GROSSKREUTZ : "Strengthening and Fracture in Fatigue (Approaches for Achieving high fatigue strength)". Metall. Trans., Vol. 3, (Mai 1972), pp.1255-1262.
- |71| H. MUGHRABI : "Microscopic Mechanisms of Metal Fatigue". 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Aachen (1979). Vol. 3, pp.1615-1638.
- |72| A. GYSLER, J. LINDIGKEIT and G. LUTJERING : "Correlation between microstructure and fatigue fracture". ICSMA 5, Aachen, (1979), Vol. 2, pp.1113-1118.
- |73| K. SHIBATA, Y. KISHIMOTO, N. MAMURA et T. FUJITA : "Cyclic Softening and Hardening of Austenitic Steels at Low Temperatures". In "Fatigue at low temperatures", ASTM STP 857, R.I. STEPHENS, (1985), pp.31-46.
- |74| D. KUHLMANN-WILSDORF, C. LAIRD : "Dislocation behavior in fatigue : II. Friction stress and back stress as inferred from an analysis of Hysteresis loops". Materials Science and Engineering, 37, (1979), pp.111-120.
- |75| A.H. COTTRELL : "Dislocations and Plastic Flow in Crystals". Oxford Univ. Press, London, (1953), pp. 111-132.

- [76] C.E. FELTNER, C. LAIRD : "Cyclic stress-strain response of FCC metals and alloys :
I. Phenomenological experiments". Acta Metall., Vol.15, (oct. 1967), pp.1621-1632.
II. Dislocation structures and mechanisms". Acta Metall., Vol.15, (oct. 1967), pp.1633-1653.
- [77] J.I. DICKSON, L. HANDFIELD, G. L'ESPERANCE : "Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium". Materials Science and Engineering, 60 (1983), L3-L7.
- [78] T. TANAKA, S. HATTORI : "On the generation mechanism of hysteresis loop in low carbon steels under repeated load". 22nd Japan Congress on materials research. Society of Materials Science, Jpn, (mars 1979), pp.88-95.
- [79] T. TANAKA, S. HATTORI : "Initial behavior of hysteresis loop of low carbon steels under repeated load". Bulletin of the J.S.M.E., Vol.21, N°161, (Nov.1978), pp.1557-1564.
- [80] R.G. PAHL, Jr. et J.B. COHEN : "Effects of fatigue on the G.P. Zones in Al-Zn alloys". Metall. Trans., Vol. 15A, (Août 1984), pp.1519-1529.
- [81] A. PORTEVIN et F. LE CHATELIER : Compte Rendu à l'Académie des Sciences, 176, (1923), p. 507.
- [82] A.H. COTTRELL : "Relation of Properties to microstructure". Am. Soc. Metals, (1953), p. 147.
- [83] J. FRIEDEL : "Dislocations", Pergamon Press, (1964), p. 405.
- [84] A. KORBEL : "The density of mobile dislocations and the critical dislocation velocity during non-uniform deformation of alpha-brass". Scripta Metall., Vol. 9, (1975), pp.115-120.
- [85] K.S. ROSE, S.G. GLOVER : "A study of strain-ageing in austenite". Acta Metall., 14, (1966), pp.1505-1516.
- [86] P. DELOBELLE, C. OYTANA : "Remise en ordre du type SNOEK au cours du vieillissement sous contrainte de quelques métaux cubiques centrés (Ta-O; Nb-O; Fe-C-N)". Scripta Metall., 12, (1978), pp.765-770.

- [87] R. ODONERA, H. ERA, T. ISHIBASHI, M. SHIMIZU : "Effect of heat treatments on the Portevin - Le Chatelier effects in Aluminium - Silver alloys". Acta Metall., Vol. 31, N°10, (1983), pp.1589-1593.
- [88] R. ODONERA, T. ISHIBASHI, M. KOGA, M. SHIMIZU : "The relation between the Portevin - Le Chatelier effect and the solid solubility in some binary alloys". Acta Metall., Vol. 31, N°4, (1983), pp.535-540.
- [89] R. ODONERA, T. ISHIBASHI, H. ERA, M. SHIMIZU : "The Portevin - Le Chatelier effects in Cu - Ti, Cu - P and Cu - Si alloys". Acta Metall., Vol. 32, N°5, (1984), pp.817-822.
- [90] Ph. AUBRUN : "L'effet des atomes étrangers mobiles sur une limite d'écoulement". C.R.A.S. Série C, (1975), pp.1081-1084; pp.1351-1354.
- [91] H. YOSHINAGA and S. MOROZUMI : "A Portevin - Le Chatelier effect expected from solute atmosphere dragging". Philosophical Magazine, Vol. 23, N° 186, (Juin 1971), pp.1351-1366.
- [92] H. YOSHINAGA and S. MOROZUMI : "The solute atmosphere round a moving dislocation and its dragging stress". Philosophical Magazine, Vol. 23, N°183, (Juin 1971), pp.1367-1385.
- [93] H. YOSHINAGA, K. TOMA, K. ABE, S. MOROZUMI : "The Portevin - Le Chatelier effect in Vanadium". Philosophical Magazine, Vol. 23, N°183, (Juin 1971), pp.1387-1403.
- [94] A.R. ROSENFELD and G.T. HAHN : "Linear arrays of moving dislocations piling - up against an obstacle". Acta Metall., 16, (1968), pp.755-759.
- [95] A. KORBEL : "The Structural aspect of the Portevin - Le Chatelier effect in alpha brass". Scripta Metall., Vol. 8, (1974), pp. 609-612.

- [96] A. COUJOU : "Deformation in situ d'un alliage à basse énergie de faute d'empilement". Acta Metall., Vol. 31, N°10, (1983), pp.1505-1515.
- [97] N. CLEMENT, D. CAILLARD, J.L. MARTIN : "9ème congrès international de microscopie électronique - Toronto, (1978), p.568.
- [98] J.J. GILMAN : "Dislocations dynamics", Mc Graw-Hill, New York (1968).
- [99] A. KORBEL, J. ZASADZINSKI, Z. SIEKLUCKA : "A new approach of the Portevin - Le Chatelier effect". Acta Metall., Vol. 24, (1976), pp.919-923.
- [100] R.W. HAYES and W.C. HAYES : "On the mechanism of delayed discontinuous plastic flow in an age-hardened Nickel alloy". Acta Metall., Vol. 30, (1982), pp.1295-1301.
- [101] R.W. HAYES and W.C. HAYES : "A proposed model for the disappearance of serrated flow in two Fe alloys". Acta Metall., Vol. 32, N°2, (1984), pp.259-267.
- [102] R.W. HAYES : "On a proposed theory for the disappearance of serrated flow in FCC Ni alloys". Acta Metall., Vol. 31, N°3, (1983), pp.365-371.
- [103] G. SCHOECK : "The Portevin - Le Chatelier effect. A kinetic theory". Acta Metall., Vol. 32, N°8, (1984), pp.1229-1234.
- [104] P.G. Mc CORMICK : "A model for the Portevin - Le Chatelier effect in substitutional alloys". Acta Metall., Vol.20, (1972), pp.351-354.
- [105] T. TABATA, H. FUJITA and Y. NAKAJIMA : "Behaviour of dislocations in Al-Mg single crystals observed by high voltage electron microscopy". Acta Metall., Vol. 28, N°6, (1980), pp.795-805.
- [106] C.F. JENKINS and G.V. SMITH : "Serrated plastic flow in austenitic stainless steel". Trans of Metall. Soc. of AIME, Vol.245, (oct. 1969), pp.2149-2156.

- [107] J. FOCT : "Etude des distributions d'interstitiels et de leur évolution dans les solutions solides Fer-Azote". Thèse de doctorat d'Etat, (1973), Nancy.
- [108] G.K. HOANG : "Contribution à l'étude des phénomènes anélastiques liés à la présence d'interstitiels dans les aciers de structures austénitique et martensitique". Thèse de Docteur-Ingénieur, (1975), Nancy.
- [109] J. FOCT : " Conditions imposées aux configurations d'interstitiels dans l'austénite Fer-Azote par les résultats de spectrométrie Mössbauer". C.R. Acad. Sc. Paris, Série C, T.276, N°14, (2 avril 1973), pp.1159-1162.
- [110] J. FOCT : "Internal friction associated with interstitial distributions in Fe-N austenite and martensite". 5th International Conference "Internal friction and ultrasonic attenuation in crystalline solids". Vol.1, (1973), pp.283-288.
- [111] M. LEBIENVENU et B. DUBOIS : "Phénomènes anélastiques liés à la présence d'Azote dans les aciers inoxydables à 18 % de Chrome et 10 % de Nickel". Journal de Physique, Colloque C9, supplément au N°12, Tome 44, (1983), pp.439-445.
- [112] R.E. VILLAGRANA, J.L. KAAE, J.R. ELLIS and P.K. GANTZEL : "The effect of aging and cold working on the high temperature low-cycle fatigue behavior of alloy 800 H : Part I. The effect of hardening processes on the initial Stress-strain Curve". Metall. Trans., Vol. 9A, (Juil.1978), pp.927-934.
- [113] E.R. DE LOS RIOS, M.W. BROWN : "Cyclic strain hardening of 316 stainless steel at elevated temperatures". Fatigue of engineering materials and structures, Vol.4, N°4, (1981), pp.377-388.

CONCLUSION

En raison de l'influence importante des interstitiels sur les propriétés mécaniques monotones des alliages, nous avons choisi d'étudier le rôle de l'Azote interstitiel et combiné sur le comportement en plasticité monotone et cyclique des aciers inoxydables austénitiques.

L'effet de l'Azote interstitiel a été étudié en traction monotone et fatigue oligocyclique à 20°C, sur divers aciers type 316 L - 316 LN hypertrempés, dont les teneurs en Azote couvrent la plage 0,03 - 0,25 % pds. Deux de ces aciers respectivement chargés de 0,08 et 0,25 % pds N ont été vieillis à 600°C. Les états de précipitation ont été examinés par microscopie électronique en transmission, et ont révélé une forte précipitation tant inter- que intragranulaire, de carbures ou carbonitrures $M_{23} (C,N)_6$ essentiellement. Les états hypertrempés ont été étudiés en traction monotone à 20 et 600°C, et en fatigue oligocyclique à température ambiante. Les états vieillis ont été testés en monotone et en dynamique aux deux températures.

Les caractéristiques de traction monotone (limite d'élasticité, résistance à la rupture) sont fortement accrues par la présence d'Azote interstitiel, tant à 20 qu'à 600°C. Ce durcissement est attribué à un mécanisme de durcissement par solution solide. la variation linéaire de la limite d'élasticité avec la teneur en interstitiels et avec la température est en accord avec le modèle d'interactions fortes solutés - dislocations, proposé par Friedel.

Avec le vieillissement préalable à 600°C, on observe une augmentation de la limite d'élasticité, qui résulte des effets contradictoires de durcissement par précipitation matricielle de carbonitrures $M_{23} (C,N)_6$ et de réduction du durcissement de solution solide.

Les deux mécanismes de durcissement incriminés s'accompagnent d'une perte de ductilité, particulièrement sensible dans l'acier fortement chargé en Azote.

La résistance à la fatigue oligocyclique à 20°C de ces aciers est fortement accrue par la présence d'Azote, avec semble-

t-il une saturation au delà de 0,12 % pds N. L'examen des sous-structures de dislocations en microscopie électronique en transmission nous permet d'attribuer cette amélioration de durée de vie à la meilleure réversibilité de la déformation plastique cyclique dans les aciers riches en Azote, tant dans les états hypertrempés que dans les états vieillis. En effet, la déformation y est beaucoup plus plane, vraisemblablement par suite d'un abaissement de l'énergie de faute d'empilement dû à l'Azote.

La particularité du comportement d'accommodation à 20°C des aciers à forte teneur en Azote (à savoir un fort mais bref durcissement, suivi d'un adoucissement intense avant stabilisation de la contrainte) a été attribué à des interactions dislocations-interstitiels ; il y aurait compétition entre un durcissement par création de nuages de Cottrell et un adoucissement dû à leur dilution.

Le rôle des précipités matriciels sur la formation des sous-structures de déformation cyclique ne semble pas essentiel. En revanche la précipitation intergranulaire fragilise les joints de grains ; la rupture finale en traction apparaît plus rapidement dans les états vieillis, expliquant ainsi les réductions de durée de vie dues aux vieillissements préalables.

L'analyse des faciès de rupture par stries de fatigue nous a permis d'obtenir les vitesses de fissuration en fonction de la profondeur de fissure. Le vieillissement préalable ne semble pas modifier la propagation stable des fissures dans l'acier à 0,08 % N, tandis qu'il influe sur celle de l'acier à 0,25 % N. Son effet n'est pas toujours facile à expliquer. La détermination du nombre de cycles de propagation par intégration des lois de fissuration obtenues, semble montrer, conformément à d'autres travaux sur le sujet, que les deux phases d'amorçage et de propagation sont allongées par un glissement plus plan des dislocations.

Les résultats de fatigue plastique à 600°C concernent les deux aciers à 0,08 et 0,25 % N vieillis.

Leurs comportements d'accommodation en fatigue à 600°C sont très semblables, mais différent fortement de ceux à 20°C. L'accommodation se caractérise à 600°C par un très fort durcissement d'intensité croissante avec la teneur en Azote et avec le traitement de vieillissement. L'observation des sous-structures de déformation nous permet d'attribuer ce très fort durcissement à la forêt de dislocations.

Le gain de durée de vie dû à l'Azote, obtenu à 20°C quelque soit le traitement thermique initial, n'existe plus à 600°C dans les états vieillis. Pourtant le caractère plan de la déformation est encore observé à 600°C dans l'acier à fort Azote, quelque soit le traitement thermique initial ; cette observation laisse prévoir, comme le prouvent les résultats d'autres travaux sur le même type d'aciers, que la présence d'Azote doit encore améliorer la durée de vie en fatigue oligocyclique à 600°C des aciers 316 L hypere trempés. Mais dans les états vieillis, le très fort durcissement d'accommodation et la fragilisation intergranulaire, tous deux plus intenses dans l'acier à fort Azote, entraînent une rupture finale en traction prématurée, qui intervient souvent même avant la stabilisation de la contrainte. Ainsi, la présence d'une forte teneur en Azote dans ces aciers s'avère défavorable à leur résistance à la fatigue, après vieillissement à 600°C.

Enfin l'existence d'un fort effet Portevin - Le Châtelier dans les essais de traction monotone et de fatigue oligocyclique à 600°C nous a amené à examiner les interprétations proposées dans la littérature pour ce phénomène. Une tentative est faite pour expliquer qualitativement nos observations à partir d'un modèle de comportement collectif des dislocations au delà d'une densité critique, et de comportement individuel en deçà.

Plusieurs résultats de cette étude mériteraient des prolongements qui devraient s'avérer intéressants. En particulier l'effet de taille de grain, qui semble se combiner avec l'effet de l'Azote interstitiel, d'après les travaux de Norström, n'a pas été abordé ici. Pourtant son rôle, en traction monotone comme en fatigue oligocyclique, devrait être essentiel. De même l'étude

spécifique de l'effet Portevin - Le Châtelier et du durcissement par solution solide d'Azote devrait apporter des éléments intéressants pour la compréhension des phénomènes d'interactions dislocations - interstitiels mobiles ou fixes, et de leur influence sur le comportement en plasticité monotone et cyclique des aciers inoxydables austénitiques. Mais pour pousser plus loin les investigations, il s'avère nécessaire de déterminer la teneur en Azote interstitiel, en particulier des aciers vieillis. Cette connaissance permettrait une analyse plus approfondie des durcissements de solution solide et de précipitation.

En fatigue oligocyclique proprement dite, notre étude ouvre la porte sur celle du comportement en fatigue-relaxation à haute température. Une précipitation en cours d'essais, et la relaxation des contraintes lors des temps de maintien, amèneraient peut-être un changement dans le comportement en plasticité cyclique, pour lequel l'effet de l'Azote serait sans doute également différent.

En définitive, ce travail montre que, pour les applications industrielles, l'introduction d'Azote se traduit le plus souvent par une amélioration des caractéristiques mécaniques cycliques des aciers inoxydables austénitiques. Cette amélioration, associée à une dégradation réduite de la résistance à la corrosion et à une augmentation de la résistance au fluage, laisse prévoir un développement des nuances enrichies en azote et en éléments nitrurigènes.

S O M M A I R E

INTRODUCTION	3
CHAPITRE I	9
I.1. CARACTERISTIQUES METALLURGIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	15
I.1.1. <u>INTRODUCTION</u>	15
I.1.2. <u>STABILITE DE L'AUSTENITE</u>	16
I.1.2.1. Déstabilisation de l'austénite par formation de ferrite	16
I.1.2.2. Déstabilisation de l'austénite par formation de martensite	23
I.1.2.3. Déstabilisation par précipitation à haute température	26
I.1.3. <u>PROCEDES DE DURCISSEMENT</u>	37
I.1.3.1. Durcissement par solution solide	37
I.1.3.2. Durcissement par affinage du grain	39
I.1.3.3. Durcissement par précipitation	40
I.1.3.4. Durcissement par écrouissage	41
I.1.4. <u>RESISTANCE A LA CORROSION</u>	41
I.1.5. <u>CONCLUSION</u>	44
I.2. CARACTERISTIQUES MECANIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ALLIES A L'AZOTE	47
I.2.1. <u>INTRODUCTION</u>	47

I.2.2.	<u>PROPRIETES EN TRACTION MONOTONE DES ACIERS INOXY-</u> <u>DABLES AUSTENITQUES TYPE AISI 316 L A L'AZOTE</u>	52
I.2.2.1.	Effet de l'Azote sur les constantes élastiques des aciers inoxydables austénitiques	52
1.2.2.2.	Effet de l'Azote et de la taille de grain sur les caractéristiques en traction monotone de l'acier AISI 316 L	55
1.2.2.3.	Effet de la température et de la vi- tesse de déformation	59
1.2.2.4.	Effet d'un prétraitement thermomécanique	65
I.2.3.	<u>TENACITE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES</u> <u>TYPE AISI 304 ET 316 A L'AZOTE</u>	69
I.2.4.	<u>PROPRIETES DE FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES</u> <u>AUSTENITQUES AISI 316 ET 316 L. INFLUENCE</u> <u>DE L'AZOTE</u>	76
1.2.4.1.	Aspects phénoménologiques du fluage des aciers type AISI 316	76
1.2.4.2.	Cartes de rupture par fluage des aciers type AISI 316	81
1.2.4.3.	Effet des éléments d'alliage sur le fluage des aciers type AISI 316	87
I.2.5.	<u>INFLUENCE DE L'AZOTE SUR LES PROPRIETES</u> <u>EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES</u>	101
1.2.5.1.	Effet de l'implantation d'ions d'Azote	101
1.2.5.2.	Effet de l'Azote interstitiel	102

I.3. COMPORTEMENT DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES TYPE 316 EN SOLLICITATIONS VARIABLES	107
I.3.1. <u>INTRODUCTION</u>	107
I.3.2. <u>FATIGUE PLASTIQUE DES ACIERS TYPE 316-316L</u>	107
I.3.2.1. Consolidation cyclique - Aspects microstructuraux	107
I.3.2.2. Durées de vie en fatigue oligocyclique	126
I.3.3. <u>INTERACTIONS FATIGUE - FLUAGE DANS LES ACIERS 316 - 316L</u>	136
I.3.3.1. Ecrouissage cyclique en fatigue - relaxation	137
I.3.3.2. Durées de vie en fatigue - relaxation	137
I.3.3.3. Aspects microstructuraux du comporte- ment en fatigue - relaxation	142
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I	149
CHAPITRE II	171
II.1. <u>CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX ETUDIES</u>	175
II.1.1. Désignations et identifications	175
II.1.2. Compositions chimiques	176
II.1.3. Traitements thermiques	177
II.1.4. Microstructures - Etats de précipitation	178
II.2. <u>PROGRAMME D'ESSAIS</u>	195
II.2.1. Essais à température ambiante	195
II.2.2. Essais à 600°C	197
II.3. <u>DISPOSITIF EXPERIMENTAL</u>	199

II.4. <u>RESULTATS EXPERIMENTAUX</u>	201
II.4.1. Résultats des essais de traction monotone	201
II.4.2. Résultats des essais de fatigue oligocyclique	202
II.4.3. Consolidations monotone et cyclique	203
II.4.4. Résistance à la fatigue oligocyclique	211
 BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II	 233
 APPENDICE : Dispositif d'essais en traction et en fatigue oligocyclique à l'ambiante et à chaud	 239
 CHAPITRE III	 273
III.1. <u>CARACTERISTIQUES DE TRACTION MONOTONE</u>	277
III.1.1. Caractéristiques de traction monotone à température ambiante	279
III.1.1.1. Influence de la teneur en interstitiels	279
III.1.1.2. Influence d'un vieillissement préalable	287
III.1.2. Caractéristiques de traction monotone à 600°C	287
III.1.2.1. Influence de la teneur en Azote interstitiel	290
III.1.2.2. Influence d'un vieillissement préalable	290.
III.1.3. Discussion des résultats	293
 III.2. <u>FATIGUE OLIGOCYCLIQUE</u>	 319
III.2.1. Comportements en fatigue oligocyclique à température ambiante	320
III.2.1.1. Effet du carbone interstitiel	320
III.2.1.2. Effet de l'Azote	326

III.2.1.3. Analyse des sous-structures de dislocations	359
III.2.3.4. Analyse des faciès de rupture	373
III.2.1.5. Interprétation du rôle de l'Azote sur la résistance à la fatigue oligocyclique des aciers type 316 L	410
III.2.1.6. Rôle de l'Azote interstitiel sur le comportement d'accommodation des aciers 316 LN	413
III.2.2. Comportement en fatigue oligocyclique à 600°C des aciers E et H vieillis	429
III.2.2.1. Analyse des résultats d'essais	429
III.2.2.2. Analyse des sous-structures de dislocations par microscopie électronique en transmission	431
III.2.2.3. Analyse des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage	435
III.2.2.4. Interprétation du comportement en fatigue oligocyclique à 600°C des aciers E et H vieillis	441
III.3. <u>EFFET PORTEVIN - LE CHATELIER</u>	443
III.3.1. Analyse bibliographique	443
III.3.2. Résultats expérimentaux et discussion	458
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III	469
CONCLUSION	483

En hétérointerstitiel, l'azote stabilise l'austénite et améliore considérablement la résistance à la traction et au fluage. Son rôle a priori voisin de celui du Carbone s'en distingue cependant par une moindre nocivité vis-à-vis de la corrosion intergranulaire.

Notre objectif est d'analyser le rôle de l'Azote interstitiel ou combiné sur la plasticité cyclique et monotone des aciers inoxydables austénitiques. L'effet de l'Azote interstitiel est étudié jusqu'à 0,25 % en poids en traction monotone et fatigue oligocyclique à température ambiante. Le durcissement de solution solide est considérable en monotone, tandis qu'en déformation cyclique des interactions complexes interstitiels - dislocations provoquent une phase d'accommodation caractérisée par un durcissement suivi d'un fort adoucissement. La résistance à la fatigue oligocyclique est réellement améliorée par la présence d'Azote interstitiel, malgré une saturation vers 0,12 % pds N. Une analyse des microstructures de déformation au microscope électronique en transmission montre que cette amélioration est due à une meilleure réversibilité de la déformation dans les aciers à fort Azote, où les modes de glissement sont beaucoup plus plans.

Au cours d'un vieillissement à 600°C l'azote précipite essentiellement sous forme de carbonitrides $M_{23}(C,N)_6$ aux joints et dans la matrice, ce qui provoque un durcissement du type Orowan et cependant modifie très peu les modes de déformation observés en fatigue plastique à température ambiante. A 600°C en revanche on observe un fort durcissement d'accommodation que l'on attribue à l'effet de la forêt de dislocations et qui, associé à la précipitation intergranulaire, se traduit par une réduction de la durée de vie.

MOTS-CLES :

ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES - AZOTE INTERSTITIEL - CARBONITRURES -
FATIGUE OLIGOCYCLIQUE - TEMPERATURE AMBIANTE - HAUTE TEMPERATURE -
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE - STRUCTURE DISLOCATION

