

50376  
1991  
116

66789

50376  
1991  
116

Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois

Laboratoire de Mécanique Physique

N° d'ordre 789

THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES PHYSIQUES

INFLUENCE DE L'AZOTE INTERSTITIEL ET DE LA TEMPERATURE SUR LES  
STRUCTURES DE DISLOCATIONS OBTENUES PAR FATIGUE D'ACIERS  
INOXYDABLES AUSTENITIQUES



Jean-Bernard VOGT

Maître de conférences à l'ENSCL

Soutenu le 18 Mars 1991 devant le jury :

Président et rapporteurs :	J. FOCT,	professeur,	USTL Flandres Artois
	J.I. DICKSON,	professeur,	Ecole Polytechnique de Montréal (Canada)
	T. MAGNIN,	professeur,	ENSC.Lille
Examineurs :	G. BECK	directeur de recherches CNRS,	ENSMIM Nancy
	J. de FOUQUET	professeur,	ENSMA Poitiers
	L.P. KUBIN	directeur de recherches CNRS ,	ONERA Châtillon

## Remerciements

Les travaux qui ont abouti à la rédaction de ce mémoire ont été menés au laboratoire de métallurgie physique de l'Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois (directeur : professeur J. FOCT) et au département génie métallurgique (équipe du professeur J.L. DICKSON) de l'École Polytechnique de Montréal (Canada).

Je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance à mon directeur de thèse, le professeur Jacques FOCT, pour l'intérêt et l'attention continuel qu'il m'a portés, pour l'autonomie qu'il m'a laissée. Je lui prie de croire à ma gratitude pour l'incitation et les facilités à poursuivre les échanges avec le Canada.

Que le professeur John Ivan DICKSON soit sincèrement remercié pour l'accueil dans son laboratoire, la confiance qu'il a manifestée à mon égard mais surtout pour sa patience à ausculter mes premiers murs de labyrinthe. Je lui suis très reconnaissant d'avoir accordé un intérêt scientifique même pour mes travaux réalisés dans l'hexagone.

Je remercie très sincèrement le professeur Thierry MAGNIN pour son intérêt immédiat à mes travaux dès son arrivée dans la contrée lilloise. Les discussions et suggestions scientifiques que nous avons eues dans un climat de bonne humeur ont été très utiles.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Gérard BECK, directeur de recherches à l'ENSMIM à Nancy, au professeur Jacques de FOUQUET de l'ENSM A de Poitiers ainsi qu'à Monsieur Ladislav KUBIN, directeur de recherches CNRS ONERA à Châtillon pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire partie du jury.

Je remercie enfin tous les membres des laboratoires précités de la Belle Province et des Flandres qui ont contribué de loin ou de près, expérimentalement, techniquement et scientifiquement ou par leur bonne humeur au bon déroulement de ce travail.

En particulier, je remercie Jean-Paul BALLON, Gilles L'ESPERANCE, Louis HANDFIELD, Sylvain TURENNE et Marie BERNARD-CONNOLLY pour les nombreuses discussions lors de mon séjour à Montréal. Une pensée chaleureuse à Gérard DEGALLIX pour son aide à l'ordinateur et un grand merci à Lucien ANDRIES pour les usinages.

Enfin, l'aide matérielle du CNRS-PIRMAT dans le cadre d'un contrat a grandement été appréciée de même que les collaborations avec Jean DHERS (Unirec Firminy), Christian REGNARD et Georges ROBERT (CEN Grenoble), participants du contrat.

## SOMMAIRE

Avant-propos	p.3
Principales notations utilisées	p.5
Chapitre 0 : INTRODUCTION et PRESENTATION de la THESE	
I Génèse du problème	p.9
II Objet de la thèse	p.12
III A propos des aciers inoxydables type 316.	p.15
Bibliographie du chapitre 0	p.23
Chapitre I : INFLUENCE de la TEMPERATURE sur les STRUCTURES de DISLOCATIONS DEVELOPPEES en FATIGUE dans l'ACIER 316 : MISE en EVIDENCE de STRUCTURES TYPIQUES du GLISSEMENT ONDULE	
I - Matériau et méthodes expérimentales	p.29
I- 1 : composition et traitements thermiques du matériau.	p.29
I - 2 : méthodes expérimentales	p.30
II : Ecrouissage cyclique	p.31
III- Evaluation des sous structures de dislocations	p.36
III- 1 :Temperature d'essai : 300K	p.36
III - 2 : Température d'essai : 700K	p.47
III- 3 : Température d'essai : 923K	p.52
III - 4 : Essais à deux amplitudes de déformation	p.53
Bibliographie du chapitre I	p.61
Chapitre II : EFFET d'une DIMINUTION de TEMPERATURE et d'une ADDITION d'AZOT sur les STRUCTURES de DISLOCATIONS dans l'ACIER 316L : MISE en EVIDENCE du GLISSEMENT PLAN	
I - Composition chimique et caractéristiques mécaniques des aciers étudiés	
I - 1 : composition chimique.	p.67
I - 2 : propriétés de traction monotone à basse température.	p.68
I - 3 : comportement en fatigue propagation.	p.73
II - Fatigue oligocyclique	
II - 1 : méthodes expérimentales	p.77
II - 2 : étude du comportement mécanique	p.77
II - 3 : analyse structurale	p.81
Bibliographie du chapitre 2	p.97

## Chapitre III : FACTEURS GOUVERNANT LE MODE DE GLISSEMENT DES DISLOCATIONS dans les ACIERS 316

III - 1 : les points à éclaircir	p.101
III - 2 : La structure labyrinthe	
III - 2 - 1 : origine des murs dipôlares	p.103
III - 2 - 2 : cristallographie d'un mur dipôlaire	p.106
III - 2 - 3 : remarques préliminaires sur les murs de labyrinthe	p.106
III - 2 - 4 : identification des murs de labyrinthe	p.108
III - 2 - 5 : modélisation d'un mur de labyrinthe	p.111
III - 3 : Causes du glissement plan dans les aciers FE-CR-NI	
III - 3 - 1 : effet de l'azote sur le caractère du glissement à 300K.	p.118
III - 3 - 2 : effet d'une diminution de température sur le caractère du glissement dans l'acier 316L	p.121
III - 3 - 3 : effet combiné de l'azote et d'une basse température sur les mécanismes de déformation cyclique	p.123
III - 3 - 4 : effet d'une augmentation de température sur le caractère du glissement dans un acier 25CR-20NI	p.126
III - 4 : Représentation schématique de la plasticité cyclique des alliages FE-CR-NI	p.130
Bibliographie du chapitre 3	p.135
CONCLUSION GENERALE	p.141
ANNEXE	p.147
PUBLICATIONS RELATIVES AU SUJET	p.159
RESUME	p.163
ABSTRACT (RESUME en ANGLAIS)	p.164

## AVANT - PROPOS

La synthèse qui suit sur les mécanismes de déformation cyclique des aciers inoxydables austénitiques type 316 vise en particulier à mieux préciser le rôle de l'azote interstitiel.

Ce mémoire a été rédigé dans le souci de mettre au premier plan les points nouveaux et originaux d'une étude générale de l'influence de l'azote sur les propriétés mécaniques et physiques des aciers entreprise par le laboratoire depuis plusieurs années. Des résultats anciens ayant donné lieu à ma thèse de troisième cycle ou entrepris avec d'autres chercheurs du laboratoire ne seront pas repris dans ce mémoire.

Pour comprendre l'influence de l'azote sur les microstructures de fatigue, des résultats plus fondamentaux et originaux sur l'évolution des structures de dislocations en fonction de la température de ces aciers obtenus au département Génie Métallurgique de l'Ecole Polytechnique de MONTREAL se sont révélés indispensables.

Bien que des études effectuées sur des aciers martensitiques et ferritiques ne soient pas mentionnées ici, certaines d'entre elles ont cependant conforté quelques hypothèses émises sur les mécanismes de plasticité dans les aciers inoxydables austénitiques.

Enfin, une ambition pédagogique a été poursuivie en espérant que de futurs chercheurs trouveront ici les informations nécessaires aux interprétations des observations structurales tant sur les matériaux "classiques" que sur les matériaux nouveaux issus de technologies modernes.

## PRINCIPALES NOTATIONS UTILISEES

- $\Delta\varepsilon_t$  : variation de déformation totale  
 $\Delta\varepsilon_p$  : variation de déformation plastique  
 $\Delta\varepsilon_e$  : variation de déformation élastique  
 $\Delta\gamma_p$  : variation de déformation plastique de cisaillement  
 $\Delta\sigma/2$  ou  $\sigma_a$  : amplitude de contrainte  
 $\sigma_{\text{eff}}$  : amplitude de contrainte effective  
 $\sigma_i$  : amplitude de contrainte interne  
N : nombre de cycles  
 $N_R$  : nombre de cycles à rupture
- E : module d'YOUNG  
 $\varepsilon_{pv}$  : déformation plastique vraie  
 $\varepsilon_{tv}$  : déformation totale vraie  
K, K' : coefficient d'écrouissage  
n, n' : exposant d'écrouissage ou taux de consolidation
- $\Delta K$  : facteur d'intensité de contrainte  
da/dN : vitesse d'avancée de fissure
- $y_s$  : distance d'annihilation entre deux dislocations vis  
 $\rho$  : densité de dislocations  
b: vecteur de BURGERS  
 $b_p$  : vecteur de BURGERS primaire  
g : vecteur de diffraction  
K : direction du faisceau électronique incident (MET)

$M_s$  : température de début de transformation martensitique

$M_{d30}$  : température donnant 50% de transformation martensitique  
sous une déformation vraie de 30%

T : température

$T_f$  : température de fusion

EDE : énergie de défaut d'empilement

PSB : persistent slip band (bande persistante de glissement)

OCD : ordre à courte distance

## **CHAPITRE 0**

### **INTRODUCTION ET PRESENTATION DE LA THESE**

## CHAPITRE 0

### INTRODUCTION ET PRESENTATION DE LA THESE

#### I - GENESE DU PROBLEME

La corrélation entre les microstructures formées par fatigue et la réponse mécanique du matériau cyclé est un problème qui intéresse une population de scientifiques d'origine très variée. Cet engouement pour la compréhension des mécanismes de déformation cyclique tient au fait que dans la pratique plus de 60% (voire même 90% selon certains auteurs) des cas de rupture se produisent par fatigue. De plus, des études fondamentales ont clairement montré que la ruine d'un matériau sous sollicitations cycliques était liée à un problème de déformation plastique cyclique localisée soit à l'échelle purement microscopique (cas de la fatigue endurance), soit à l'échelle microscopique et macroscopique (cas de la fatigue plastique oligocyclique). Une meilleure compréhension des mécanismes de déformation cyclique vise à optimiser la conception, la fabrication et le traitement d'alliages résistant à la fatigue ainsi qu'à préciser les conditions de leur utilisation. La quantité d'articles déjà publiés depuis les dernières années n'autorise pas de considérer le sujet comme absolument récent : la bibliographie nous montre que cette question suscite l'intérêt des métallurgistes, des physiciens et des mécaniciens depuis plus de 30 ans. Que nombre de points n'ait pas reçu de réponse définitive démontre clairement que ce sujet complexe est loin d'être épuisé. Même si à l'heure actuelle certains concepts sont encore l'objet de discussion voire à la source de solutions, il faut reconnaître que les travaux de certains précurseurs [1,2] sont de haut niveau et que leur qualité impose de les citer régulièrement en référence.

Dans un souci de simplification, la première idée a été de se libérer de variables compliquant les investigations en prenant garde de ne pas se désolidariser de l'âme du problème. Du point de vue de la métallurgie physique, l'utilisation de monocristaux s'est révélée très utile. En effet, dans ce type de

matériau, il est possible d'orienter le cristal par rapport à l'axe de sollicitation de façon à privilégier certains systèmes de glissement. Ceci donne accès à une description et une interprétation plus cristallographiques des mécanismes de déformation. Reste à passer du mono au polycristal, ce qui n'est pas toujours d'une grande facilité. Il faut alors concevoir ou utiliser des modèles du type SACHS TAYLOR [3] par exemple (modèle qui décrit des comportements extrêmes) ou du type ZAOUÏ [22] (modèle plus sophistiqué) afin de transférer certains acquis du monocristal vers le polycristal. Un polycristal ne se réduit pas à l'addition de monocristaux et les lois de comportement des polycristaux ne se déduisent pas de la seule connaissance des lois de monocristaux. Ceci implique des études expérimentales sur les polycristaux, qui a quelques exceptions près constituent l'essentiel des matériaux métalliques utilisés dans l'industrie. Par ailleurs, il ne faut pas penser que le transfert de compréhension et de concept ne s'effectue que dans le seul sens du monocristal vers le polycristal. Ainsi, certaines configurations de dislocations comme la structure en labyrinthe initialement observée dans des polycristaux ont été "reconstruites à l'aide de conditions particulières dans des monocristaux afin de mieux cerner les paramètres responsables de leur présence.

C'est dans un même souci de mieux maîtriser les variables extérieures que des matériaux purs ou presque purs ont été utilisés. La majorité des résultats provient des matériaux à structure cubique à faces centrées (CFC) : cuivre, aluminium, nickel, argent. Les matériaux de structure cubique centrée (CC) ont été moins étudiés et les publications traitent essentiellement du fer, du molybdène et du niobium. Cependant, s'affranchir de l'effet d'atomes étrangers amène parfois de nouvelles difficultés qu'il faudra contourner par l'emploi de moyens expérimentaux sophistiqués. Par exemple, il a été nécessaire d'utiliser des neutrons [4] pour figer la courbure des dislocations vis dans du cuivre qui avaient tendance à se relaxer après l'essai de fatigue. Sans cette précaution, l'interprétation des

micrographies de dislocations observées au microscope électronique à transmission (MET) n'aurait pas rendu compte de la réalité.

Un des points les plus pertinents dans les concepts d'endommagement par fatigue a sans doute été la mise en évidence d'une localisation de la déformation d'une part ainsi que la mise en évidence du caractère permanent de cette déformation d'autre part [5]. Ceci se manifeste respectivement au MET par un arrangement très typique des dislocations (structure en échelle) [6] et au microscope optique par des lignes de glissement qui réapparaissent au même endroit quand, au cours d'une interruption de cyclage, on les éliminait par polissage électrolytique [7]. Par la suite, il a été démontré que ces bandes dénommées *bandes persistantes de glissement (persistent slip bands PSB)* jouent un rôle capital dans l'amorçage des microfissures. Ainsi un matériau dont le développement des PSB est limité, voire même évité, a une meilleure tenue à la fatigue. Par la même occasion se dessinait également un nouveau critère de limite de fatigue. Dès lors, une attention plus particulière était portée sur les caractéristiques et les conditions de formation des PSB. D'une quantité assez importante d'articles concernant cet aspect, il ressort qu'un pré-requis est le glissement dévié dont l'activité est connue pour être liée à l'énergie de défaut d'empilement (EDE). C'est pourquoi, il est d'usage de classer les matériaux suivant leur valeur de l'EDE : matériaux à forte EDE et matériaux à faible EDE. A titre indicatif, l'aluminium possède une valeur d'EDE d'environ  $200\text{mJ/m}^2$  ce qui est considéré comme très élevée. A l'opposé, l'EDE du laiton 80/20 est très faible, estimée à  $18\text{ mJ/m}^2$ . La valeur de l'EDE du cuivre,  $50\text{ mJ/m}^2$ , apparaît donc comme une valeur intermédiaire. Il est important de citer des ordres de grandeurs car bon nombre d'auteurs relie le type d'arrangement formé, et par suite la nature du glissement qui en est responsable à la valeur de l'EDE. D'une manière générale, la tendance à former des arrangements plans de dislocations est observée pour les matériaux monophasés à faible EDE au détriment de PSB qui se forment dans les matériaux monophasés à EDE plus élevée. Nous montrerons ,

dans la suite de cette étude qu' il n'en va pas toujours ainsi et que d'autres explications doivent être évoquées pour rendre compte de l'expérience.

Ne perdons pas de vue que ces problèmes concernent les matériaux utilisés dans un contexte industriel, à savoir des alliages polycristallins. Il faudra donc également les soumettre à des tests de laboratoire et discuter les résultats à l'aide des interprétations proposées pour les matériaux purs, mono et polycristallins.

Les aciers inoxydables austénitiques, et en particulier les aciers à 18Cr-12Ni, ont intéressé et intéressent l'industrie nucléaire grâce à leur bonne résistance à la corrosion même dans des milieux générateurs de piqûres, s'ils sont alliés au molybdène. De structure CFC, ils possèdent de bonnes propriétés de plasticité. Les contraintes que subissent ces matériaux en service sont élevées et variables dans le temps, ce qui induit des phénomènes de fatigue plastique. C'est ce matériau qui est le support de la présente thèse. Il possède la caractéristique d'une valeur d'EDE moyenne (environ  $30 \text{ mJ/m}^2$ , voir paragraphe III). Si l'effet de variables extérieures a pour conséquence de modifier cette valeur, alors on peut s'attendre à un changement de mode de glissement des dislocations et par suite à des arrangements de dislocations différents. De ce fait, hormis de possibles retombées technologiques, l'étude présente un intérêt pédagogique et fondamental. Ainsi, les essais en laboratoire de ce matériau satisfont à la fois les théoriciens qui concentrent leurs efforts sur la compréhension des mécanismes microstructuraux de la déformation cyclique et les praticiens qui n'auront pas le souci de transfert de compréhension du matériau "type laboratoire" au matériau "type industriel".

## II - OBJET DE LA THESE

La "fatigue oligocyclique" des alliages type 316 a été largement étudiée. Effectivement, comme cela a déjà été mentionné précédemment, l'énergie nucléaire par fission a demandé au cours de ces dernières décades une

connaissance du comportement cyclique de ce matériau, particulièrement vers les hautes températures, jusque 1000 K environ( JASKE et al [8] , MOTTEF et al [9] , PETREQUIN et al [10] , DE LOS RIOS et BROWN [11]).

Pour la plupart de ces articles, l'analyse des dislocations n'a pas été l'objectif primordial et a été traitée de manière superficielle. Ce n'est que lorsque des résultats plus fondamentaux et plus prometteurs provenant du cuivre ont été publiés que l'on s'est intéressé davantage aux structures de dislocations produites par fatigue dans les alliages type 316. Si la quantité d'articles traitant de la fatigue du 316 est importante, peu d'équipes de recherche ont travaillé à long terme sur les aspects microstructuraux. Essentiellement deux équipes étrangères à la nôtre ont été très sensibles à cet aspect dans le 316. Il s'agit de MAGNIN et GORLIER (Ecole des Mines de SAINT ETIENNE) et GERLAND, MENDEZ et VIOLAN (ENSM de POITIERS). Des résultats ponctuels (par exemple : BOULANGER et al [12]) sur la microstructure des aciers 316 sont cependant notés.

L'école stéphanoise s'est préoccupée dans un premier temps des structures de dislocations dans le monocristal puis dans un second temps de l'évolution des microfissures en surface et en volume d'échantillons polycristallins. Ces chercheurs ont ainsi pu proposer de nouveaux critères sur la limite de fatigue.

L'école de POITIERS a mis l'accent sur les propriétés de fatigue de matériau cyclé dans le vide. Les relations structures de dislocations - amorçage de fissure ont été également précisées.

L'objet de la présente thèse est l'étude des mécanismes structuraux de déformation cyclique prenant en compte deux effets importants : effet de la température et effet de la composition chimique. Si le premier facteur est un facteur extérieur dicté par les conditions d'emploi, le second est un facteur dont on est en principe maître et sur lequel il est possible d'agir afin d'obtenir une réponse mécanique optimale du matériau.

Deux points contribuent à l'originalité du travail présenté : d'une part, compte tenu des applications possibles de cet alliage aux basses températures en raison de son caractère amagnétique, des essais de fatigue ont été réalisés à 77K; d'autre part, nous nous sommes intéressés au rôle d'un élément d'addition interstitiel, l'azote, qui s'est révélé dans les matrices extrêmement important [22]. Bien qu'avec les méthodes d'élaboration sous haute pression (40 atmosphères) la dénomination d'aciers à forte teneur en azote soit de plus en plus décalée vers des teneurs très élevées en interstitiels (jusqu'à 5% d'occupation des sites par l'azote, ce qui correspond à près de 1% en poids d'azote), les alliages étudiés ici obtenus par une sidérurgie "classique" sont caractérisés par une teneur en azote (0. 235% en poids) qui excède nettement celle des aciers 316L habituels et peuvent être à ce titre considérés comme à forte teneur.

Le premier chapitre a pour but de faire le point sur les arrangements de dislocations formés dans l'alliage type 316 à 300K, 700K et 923K. En particulier, l'attention sera portée sur la présence de PSB. Les travaux expérimentaux correspondants ont été réalisés au Département Génie Métallurgique de l'Ecole Polytechnique de MONTREAL (Canada), en particulier la microscopie électronique en transmission en vue de l'identification des arrangements de dislocations classiques : veines , PSB, murs, labyrinthes et cellules.

Dans le second chapitre, on se propose d'étudier l'effet combiné d'une diminution de température et d'une addition d'azote dans de tels alliages.

- Un changement radical dans le mode de glissement des dislocations a été mis en évidence. En particulier un glissement des dislocations très plan est observé pour une concentration en interstitiels élevée aussi bien durant la fatigue à température ambiante [13] qu'à haute température (900K environ) [14]. Par ailleurs, un abaissement de la température est réputé pour induire un abaissement de l'EDE [15]. La recombinaison des dislocations dissociées pour obtenir une dislocation parfaite est plus difficile à basse température ce qui limite les possibilités de glissement dévié favorisant ainsi le glissement plan des dislocations.

Que devient le rôle de l'azote à basse température ? S'ajoute-t-il à l'effet de l'abaissement de la température ?

Cette discussion sur les points qui se sont révélés originaux ou énigmatiques sera l'objet du troisième chapitre. Des observations décrites dans les deux premiers chapitres, nous proposerons de répondre aux questions suivantes :

*Peut-on transporter purement et simplement les concepts de plasticité développés à partir des alliages base Cu pour les alliages type 316?*

*Quels renseignements nouveaux apporte l'étude structurale d'un matériau fortement allié ?*

*Qu'est-ce qui régit le mode de glissement plan des dislocations en fatigue dans un métal CFC fortement allié?*

*Quel est le rôle de l'azote sur le mode de glissement, en quoi le caractère interstitiel de l'élément d'alliage entraîne-t-il des conséquences spécifiques différentes de celles induites par des éléments d'alliage en substitution ?*

### III - A PROPOS DES ACIERS INOXYDABLES TYPE 316

Rédiger un texte exhaustif sur ces aciers n'est pas l'objectif de ce paragraphe. Il s'agit simplement de mettre au courant le lecteur non spécialiste de cet acier en rappelant les principales caractéristiques du 316. Ceci est donc destiné à remplacer le défaut éventuel d'une bibliographie élémentaire. Etant donné que le développement des aciers à forte teneur en azote est en plein essor dans bon nombre de pays industrialisés ( d'où les conférences High Nitrogen Steels 88 (Lille 1988) et High Nitrogen Steel 90 (Aachen 1990), quelques propriétés élémentaires et presque classiques des aciers à l'azote seront mentionnées.

Les aciers inoxydables austénitiques type 18Cr-12Ni, de norme AFNOR Z2CND17-12 ou de norme américaine AISI 316, appartiennent à la classe 300

(classification américaine) des aciers inoxydables austénitiques dont le tableau 0-1 [16] regroupe les diverses nuances.

AISI Type	Composition (% massique)			Autres
	Cr	Ni	C max	
301	16-18	6-8	0.15	
302	17-19	8-10	0.15	
304	18-20	8-12	0.08	
304L	18-20	8-12	0.03	
305	17-19	10.5-13	0.12	
309	22-24	12-15	0.20	
310	24-26	19-22	0.25	1.5 Si max
310S	24-26	19-22	0.08	1.5 Si max
316	16-18	10-14	0.08	2-3 Mo
316L	16-18	10-14	0.03	2-3 Mo
321	17-19	9-12	0.08	(5*%C)Ti min
347	17-19	9-13	0.08	(10*%C)Nb+Ti min

Tableau 0-1 : Aciers austénitiques de la classe 300 d'après [16]

Les aciers type 316 qui contiennent du molybdène, sont très répandus en raison de leur bonne résistance à la corrosion. De cette particularité découlent des applications dans des environnements agressifs tels les environnements chimiques ainsi que les milieux à haute température. Dans ce dernier cas, il a été démontré qu'il était préférable de minimiser la teneur en carbone afin d'éviter une précipitation de carbures intergranulaire néfaste à la tenue à la corrosion en raison de l'appauvrissement en chrome au voisinage des carbures. Ces nuances à faible teneur en carbone sont dénommées 316L ( L signifiant Low carbon, i.e. bas carbone).

Il est assez délicat de donner une valeur de l'EDE de ce type d'alliage car les nombreux éléments d'alliage contribuent à donner un éventail de valeurs. En 1975, R.E. SCHRAMM et R.P. REED [17] publient un article de synthèse visant à déterminer l'effet des divers éléments d'alliage sur l'EDE d'alliages Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mn et Fe-Mn-Ni. Les diverses données proviennent de différents auteurs qui ont utilisé soit la diffraction X, soit la microscopie électronique à transmission. Ils proposèrent alors des lois empiriques donnant la valeur de l'EDE en fonction de quelques éléments d'alliage dont l'une d'entre elles vaut (cas des alliages Fe-Ni-Cr)

$$\text{EDE (mJ/m}^2\text{)} = 34 + 1.4 (\%Ni) - 1.1 (\%Cr) - 77 (\%N)$$

avec  $0.01 < C < 0.15$ ,  $10 < Cr < 20$ ,  $10 < Ni < 20$  exprimé en pourcentage massique soit une valeur approximative de l'EDE de l'alliage 316 = 29 mJ/m<sup>2</sup>.

Signalons tout de suite que l'effet de l'azote sur l'EDE est sujet à controverse et que l'un des points de la thèse sera d'examiner cet aspect.

Une autre propriété intéressante des aciers type 316 est la stabilité de l'austénite vis à vis d'un abaissement de température. En effet, l'application de la relation de PICKERING [18]:

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

où les éléments sont exprimés en pourcentage massique, montre que  $M_s$  est inaccessible puisqu'inférieur au zéro absolu.

En revanche, un abaissement de température combiné à un effort mécanique peut conduire à une déstabilisation de l'austénite. Si l'on admet la relation de PICKERING [18] donnant la température pour laquelle 50 % de martensite :

$$M_{d30} \text{ (}^\circ\text{C)} = 497 - 462 (C+N) - 9.2 (Si) - 8.1 (Mn) - 13.7 (Cr) - 20 (Ni) - 18.5 (Mo),$$

où les éléments sont exprimés en pourcentage massique.

On obtient  $M_{d30} = -75 \text{ }^\circ\text{C}$

Les aciers inoxydables austénitiques 316 sont généralement utilisés à l'état hyperefforté. Ce traitement thermique d'hyperefforté consiste en une mise en

solution de tous les éléments d'alliage à une température suffisamment élevée pour que tous les précipités possibles soient dissous. Cette température se situe aux alentours de 1400K suivant la composition exacte du matériau. Un refroidissement à l'eau (occasionnellement à l'air) rapide est ensuite effectué de manière à obtenir à température ambiante une austénite monophasée. Trois points principaux sont à prendre en compte si l'on veut atteindre le but recherché: durée de la mise en solution, vitesse de refroidissement et température de mise en solution. Les deux premiers points visent à éviter une fine précipitation dans l'austénite à température ambiante, le troisième paramètre doit être choisi de façon à exclure la présence de ferrite .

Malgré la présence d'éléments d'alliage, tant interstitiels que substitutionnels, les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques 316L à l'état recuit sont faibles. A titre d'exemple, la limite d'élasticité avoisine les 250 MPa. En revanche, le taux de consolidation est important et le matériau est très ductile.

La figure 0-1 montre l'efficacité de chacun des éléments d'alliage dans le durcissement par solution solide.

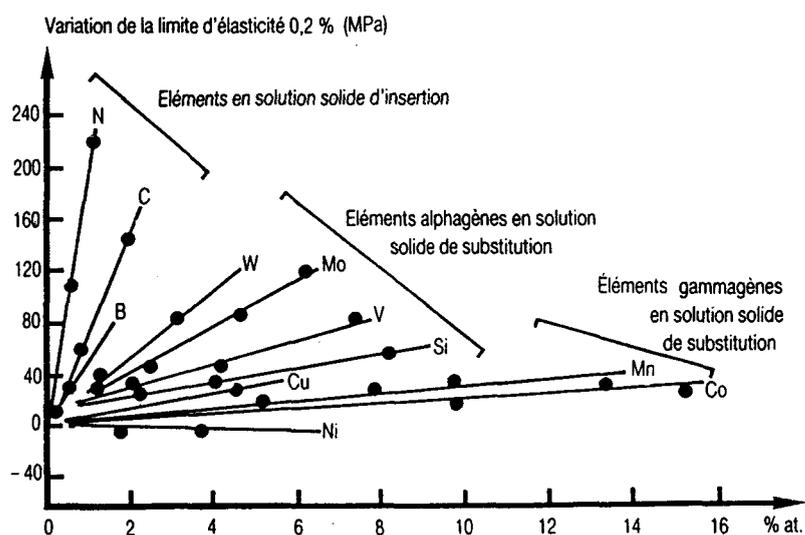


Figure 0-1 : Effet des éléments d'alliage sur le durcissement par solution solide de l'austénite d'après [18]

Comme on peut le pressentir, il est clair que les interstitiels ont un effet nettement supérieur à ceux des substitutionnels. En particulier, la contribution de l'azote au durcissement est la plus efficace.

La solubilité de l'azote dans de l'austénite pure à une pression de 0.1 MPa (pression atmosphérique) est faible. Elle varie de manière croissante avec une diminution de température. L'évolution de la solubilité de l'azote dans l'austénite en fonction la température est représentée figure 0-2 [19].

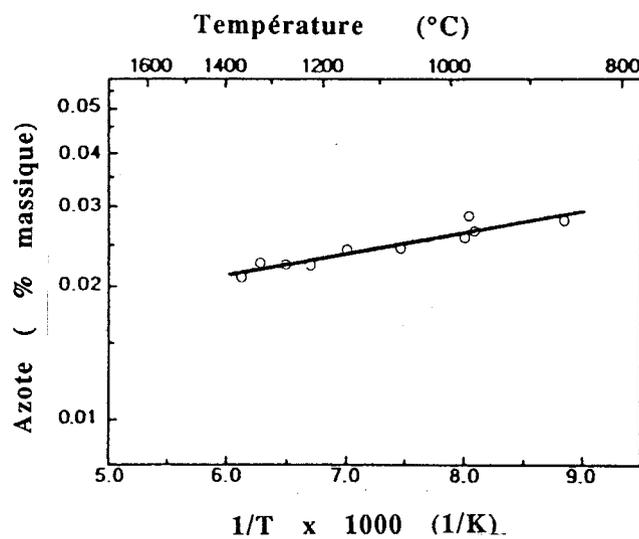


Figure 0-2: Evolution de la solubilité de l'azote dans l'austénite en fonction de la température (0.1 MPa) d'après [19]

Cette solubilité est faible : de 0.02 % massique à 1 700K à 0.025% massique à 1150K. L'espoir d'utiliser l'azote comme remède contre les faiblesses mécaniques de l'alliage 316 serait bien limité si les autres éléments n'avaient aucun effet sur la solubilité, ce qui n'est pas le cas comme le montre la figure 0-3 [20], dans le cas du fer en fusion à 1 873K à 0.1 MPa. En particulier, le chrome qui est en quantité importante dans un 316 augmente de manière intense la solubilité de l'azote. A titre indicatif, il est possible d'introduire environ 4 fois plus d'azote dans la maille austénitique si elle contient 15% chrome.

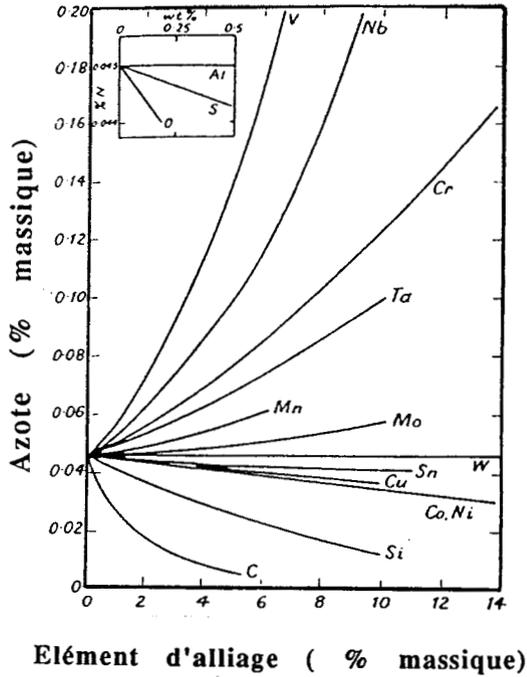


Figure 0-3 : influence des éléments d'addition sur la solubilité de l'azote dans le fer en fusion (1 873K, 0.1 MPa) d'après [20]

Il est possible d'accroître la solubilité de l'azote si la pression du gaz en contact avec le liquide est supérieure à la pression atmosphérique comme le montre la figure 0-4 [20].

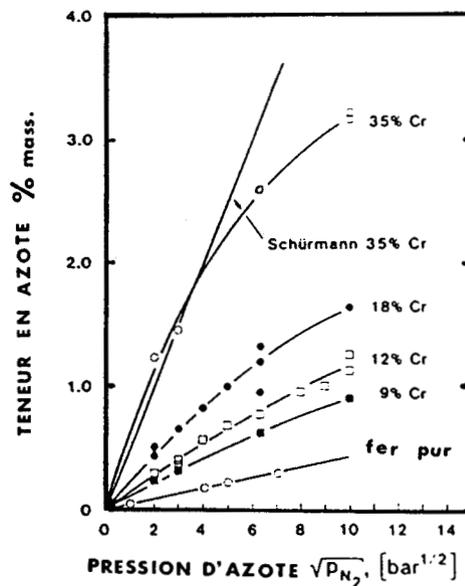


Figure 0-4 : Effet de la pression d'azote sur la solubilité dans le fer pur et dans les alliages Fer-Chrome à 1 873K d'après [20]

Ainsi la nitruration à l'état liquide définit la première filière permettant l'élaboration d'aciers à forte teneur en azote.

Une variante dans l'élaboration d'aciers inoxydables à forte teneur en azote en nitrurant l'état liquide passe par l'utilisation d'alliages ferreux nitrurants [19]. Ces derniers, jetés dans le bain liquide se décomposent et relâchent l'azote qui pourra diffuser dans la matrice austénitique.

Les nitrures utilisés sont soit à base de manganèse ( $Mn_4N$ ), de chrome ( $CrN$ ,  $Cr_2N$ ), de vanadium (VN) ou de silicium ( $Si_3N_4$ ). Le choix de l'élément se définit à partir du domaine d'applications.

Les différentes technologies de la nitruration à l'état liquide sont regroupées dans le tableau 0-2 [21].

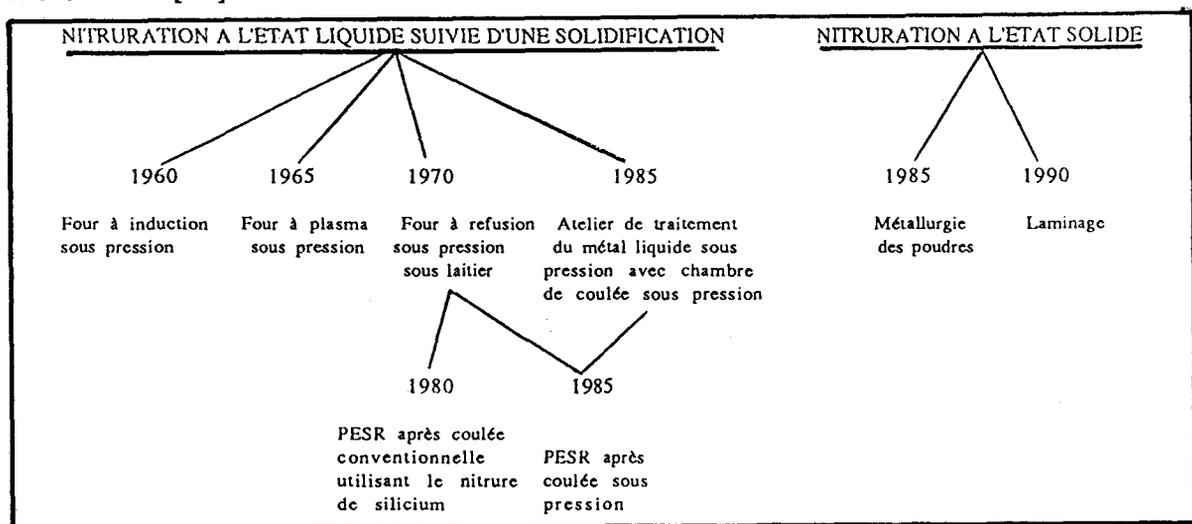


Tableau 0-2 : Les différentes méthodes d'élaboration d'aciers à l'azote d'après [21]

On remarque d'autres filières basées sur la nitruration à l'état solide et dont le développement est très récent [22].

Le tableau 0-3 [21] est directement comparable au tableau 0-1 en ce qui concerne les aciers austénitiques. Nous pouvons remarquer au passage que les aciers austénitiques ne sont pas les seuls concernés par l'introduction massive d'azote mais que les aciers ferritiques et martensitiques connaissent également un nouvel essor. Notons également la valeur importante, 1%, de la teneur en azote de aciers

Cr-Mn obtenue au four à refusion sous laitier utilisant le nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [23].

material	chemical composition in w.-%						
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N
austenitic steel A							
1.3816 (P900)	<0,12	<1,0	17,0	17,0	—	—	0,40
electrode for PESR	0,05	0,15	18,5	18,5	—	—	0,65
PESR - ingot	0,05	0,68	18,5	18,5	—	—	1,00
austenitic steel B							
1.3965	<0,10	<1,0	7,5	17,0	4,50	—	0,10
electrode for PESR	0,05	0,15	9,5	19,0	6,50	—	0,20
PESR - ingot	0,05	0,75	8,5	18,0	5,50	—	0,30
ferritic steel C							
1.4922	0,17	<0,50	<1,0	10,0	0,30	0,80	—
electrode for PESR	0,23	0,15	0,5	12,5	0,80	1,20	—
PESR - ingot	0,10	0,33	0,5	12,0	0,50	1,00	0,08
martensitic steel D							
1.4116	0,42	<1,0	<1,0	13,8	—	0,45	—
electrode for PESR	0,48	0,15	0,5	15,0	—	0,60	0,15
PESR - ingot	0,15	0,45	0,5	15,0	—	0,60	0,35

Tableau 0-3 : Compositions chimiques des aciers inoxydables en fonction du mode d'élaboration d'après [21]

En conclusion , l'introduction de l'azote en forte teneur dans les aciers austénitiques inoxydables de type 316 ou dans d'autres matrices CFC enrichies en éléments "nitrurigènes", comme le chrome ou le manganèse, constitue un renouveau indiscutable pour ce type de matériau.

Comprendre comment agit l'azote sur les propriétés mécaniques, en particulier comment les structures de dislocations obtenues en fatigue peuvent être modifiées de manière spécifique par cet élément interstitiel en fonction de la température, est de nature, nous semble-t-il, à fournir une contribution originale à la connaissance des mécanismes de la déformation plastique cyclique. D'autre part, mieux connaître le comportement en fatigue de ces matériaux à des applications industrielles importantes est également un objectif très actuel.

## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 0

1 - P.J.E. FORSYTH and C.A. STUBBINGTON

*The slip band extrusion effect observed in some aluminium alloys subjected to cyclic stresses*

Journal of the Institute of Metals, 1954-55, Vol. 83, pp. 395-399

2 - P.J.E. FORSYTH and C.A. STUBBINGTON

*The mechanism of fatigue failure in some binary and ternary aluminium alloys*

Journal of the Institute of Metals, 1956-57, Vol. 85, pp. 339-343

3 - H. MECKING

*Deformation of polycrystals*

Compte rendu de la conférence ICSMA 5, édité par P. HAASEN, V. GEROLD and G. KOSTORZ, Pergamon Press, 1980, pp. 1573-1594

4 - H. MUGHRABI, F. ACKERMANN and K. HERZ

*Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals*

"Fatigue mechanisms" ASTM STP 675, 1979, pp. 69-105

5 - H. MUGHRABI

*Cyclic plasticity of matrix and persistent slip bands in fatigued metals*

Continuum models of discrete systems 4 Ed. O. Brulin and R.K.T. Hsieh, North-Holland Publishing Company, 1981, pp. 241-257

6 - E.E. LAUFER and W.N. ROBERTS

Philosophical Magazine, Vol 44, 1966 pp.65

7 - P.J. WOODS :

*Low amplitude fatigue of copper and copper-5 at % aluminium single crystals*

Philosophical Magazine, Vol .28, 1973, p. 155-191

8 - C.E. JASKE, H. MINDLIN and J.S PERRIN

*Development of elevated temperature fatigue design information for type 316 stainless steel*

Creep and fatigue in elevated temperature applications, 1973, pp. 163.1-163.7

9 - K.D. CHALLENGER and J. MOTEFF

*Characterization of the deformation substructure of AISI 316 stainless steel after high strain fatigue at elevated temperatures,*

Metallurgical Transactions, 1972, Vol 3, pp.1675-1678

10 - P. PETREQUIN, M. MOTTOT, P.RABBE, C. AMZALLAG, L. VALIBUS et G. GRATTIER

*Prise en compte de la fatigue oligocyclique dans la construction des réacteurs rapides refroidis au sodium,*

Matériaux Mécanique Electricité, 1976, pp.34-41

- 11 - E.R de LOS RIOS and M. W. BROWN :  
*Cyclic strain hardening of 316 stainless steel at elevated temperatures*,  
 Fatigue of Engineering Materials and Structures, 1981, pp. 377-388
- 12 - L. BOULANGER, A. BISSON and A.TAVASSOLI :  
*Labyrinth structure and persistent slip bands in fatigued 316 stainless steel*  
 Philosophical Magazine A, 1985, Vol. 51, n°2, L5-L11
- 13- J.-B. VOGT, S. DEGALLAIX and J. FOCT :  
*Low cycle fatigue life enhancement of 316L stainless steel by nitrogen alloying*  
 International Journal of Fatigue, 1983, Vol. 6, N° 4, pp. 211-215
- 14 - J.-O. NILSSON :  
*The effect of slip behaviour on the low cycle fatigue behaviour of two austenitic stainless steels*  
 Scripta Metallurgica, 1984, Vol. 17, pp. 593-596
- 15 - B. THOMAS :  
*Microscopie électronique et déformation plastique des aciers inoxydables austénitiques industriels*  
 Journal de Microscopie et Spectroscopie Electronique, 1976, Vol. 1, pp. 623-636
- 16 - AUSTENITIC STEELS AT LOW TEMPERATURES :  
 édité par R.P REED and T. HORIUCHI, Cryogenic Materials Science, Plenum Press, 1983, p.2
- 17 - R.E. SCHRAMM and R.P. REED :  
*Stacking faults energies of seven commercial austenitic stainless steels*  
 Met. Trans., 1975, Vol6A, pp.1345-1351
- 18 - PHYSICAL METALLURGY AND THE DESIGN OF STEELS  
 édité par F.B. PICKERING, Applied Science Publishers LTD, 1983
- 19-H. FEICHTINGER, A. SATIR-KOLORZ and ZHENG XIAO-HONG:  
*Solubility of nitrogen in solid and liquid iron alloys with special regard to the melting range*  
 Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 88" édité par J. FOCT and A . HENDRY, The Institute of Metals, 1989, pp. 75-80
- 20 - A. POULALION and R.BOTTE :  
*Nitrogen addition in steelmaking using nitriding ferroalloys*  
 Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 88" édité par J .FOCT and A. HENDRY, The Institute of Metals, 1989, pp. 49-52
- 21 - K. FORCH, G. STEIN and J. MENZEL :  
*Technologies of newly developed high-nitrogen steels*  
 Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 90" édité par G. STEIN and H. WITULSKI, 1990, Verlag Stahleisen, pp.258-267

22 - J. FOCT

*High nitrogen steels : from science to technology*

Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 90" édité par G. STEIN and H. WITULSKI, 1990, Verlag Stahleisen, pp.1-11

23 - P. PANT, P. DAHLMANN, W. SCHLUMP and G. STEIN

*A new nitrogen alloying technique - a way to distinctly improve the properties of austenitic steel*

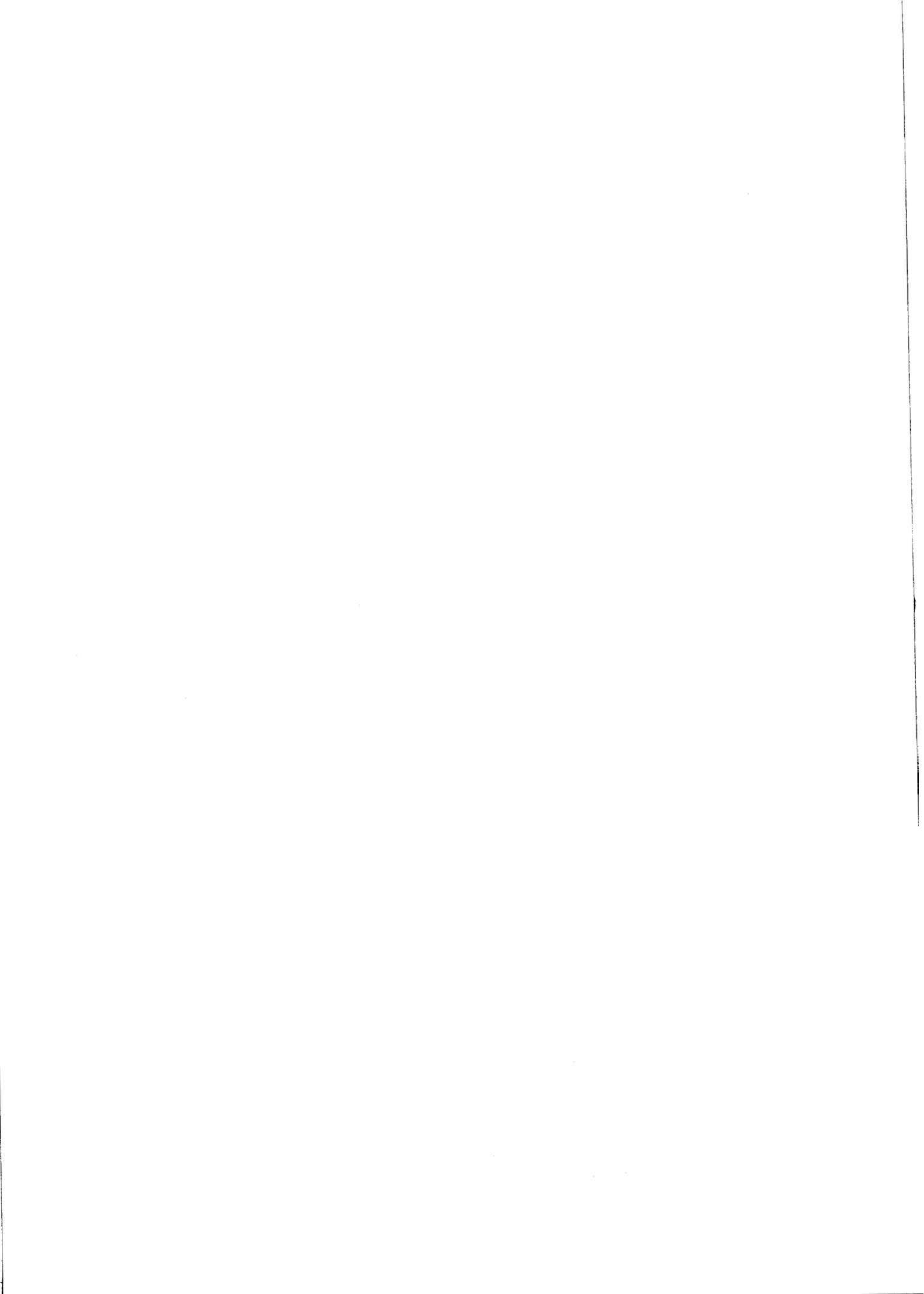
Steel research, 1987, n°1, pp.18-25

22 - J. KOCT  
High nitrogen steels : from science to technology  
Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 90" édité par C. STEIN and H.  
WITULSKI, 1990, Verlag Stahlisen, pp.1-11

23 - P. PANT, T. DAHLMANN, W. SCHUMPF and C. STEIN  
A new nitrogen alloying technique - a way to drastically improve the properties of austenitic  
steel  
Steel research, 1987, n°1, pp.18-25

## **CHAPITRE I**

**INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS  
DEVELOPPEES EN FATIGUE DANS L'ACIER 316 :  
MISE EN EVIDENCE DE STRUCTURES TYPIQUES DU GLISSEMENT ONDULE**



## CHAPITRE I

### INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS DEVELOPPEES EN FATIGUE DANS L'ACIER 316 : MISE EN EVIDENCE DE STRUCTURES TYPQUES DU GLISSEMENT ONDULE

*Dans cette partie, nous nous attacherons à identifier les arrangements de dislocations formés dans l'acier 316 en fonction de la température d'essai et de la variation de déformation. Cette analyse aura pour but de préciser la formation de certaines configurations de dislocations et de mettre en évidence le mode de glissement des dislocations.*

#### I - MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES

##### I-1 : COMPOSITION ET TRAITEMENTS THERMIQUES DU MATERIAU :

Pour cette étude sur les structures de dislocations en fonction de la température, le matériau utilisé est un acier inoxydable austénitique AISI 316 dont la composition chimique est rassemblée dans le tableau 1-1 :

Elément :	N	C	Mn	Mo	Ni	Cr	P	S	Si
% mass. :	0.029	0.055	1.61	2.26	11.07	16.03	0.027	0.026	0.38

*Tableau 1-1 : composition chimique du matériau*

Le matériau a subi une mise en solution à 1333K (1060°C) pendant 30 mn puis un refroidissement à l'eau.

La taille de grain résultant de ce traitement thermique est d'environ 65  $\mu\text{m}$ .

Cet acier est caractérisé par une limite d'élasticité de 230 MPA, une charge à rupture de 580 MPa, un allongement à rupture de 56%, un coefficient de striction de 74% et une dureté Brinell de 131.

## I-2 METHODES EXPERIMENTALES

Les essais de fatigue ont été réalisés au département Génie Mécanique de l'Ecole Polytechnique de MONTREAL sous la conduite de Marie Bernard. On peut trouver dans [1] une description complète de la procédure expérimentale.

Les essais ont été réalisés sur une machine servo hydraulique et asservis en déformation totale à l'aide d'un extensomètre axial.

La vitesse de déformation était de  $3.3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et deux variations de déformation totale ont été choisies :  $\Delta\epsilon_t = 0.5 \%$  et  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ . Ces deux variations de déformation correspondent à un niveau bas et un niveau haut pour lesquels, compte tenu de la bibliographie, différents types de sous-structures de dislocations sont attendus.

Les températures d'essais sont 300K (27°C), 700 K (427°C) et 923 K (650°C). Les échantillons sont chauffés par effet Joule en faisant passer un courant continu dans l'éprouvette. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple enroulé autour de l'éprouvette.

Pour une température de fusion 1673 K, les rapports  $T/T_f$  sont respectivement:

$$T/T_f = 0.18, 0.42 \text{ et } 0.55$$

A 300 K, compte tenu du rapport  $T/T_f$  faible, les arrangements de dislocations risquent d'être plus variés qu'à 700 K et 923 K; un essai supplémentaire à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  a donc été mené.

Des lames minces pour l'observation des dislocations ont été prélevées dans la zone utile en coupant des tranches parallèlement à l'axe de chargement. Celles-ci sont préamincies jusqu'à une épaisseur de 350  $\mu\text{m}$  au papier abrasif grade 1200, et des disques de 3 mm de diamètre ont été découpés par électro-érosion. L'amincissement final est réalisé par polissage électrolytique à l'aide de la technique des doubles jets. L'électrolyte employé contient 95% d'acide acétique et 5% d'acide perchlorique et le potentiel imposé est de 65 volts.

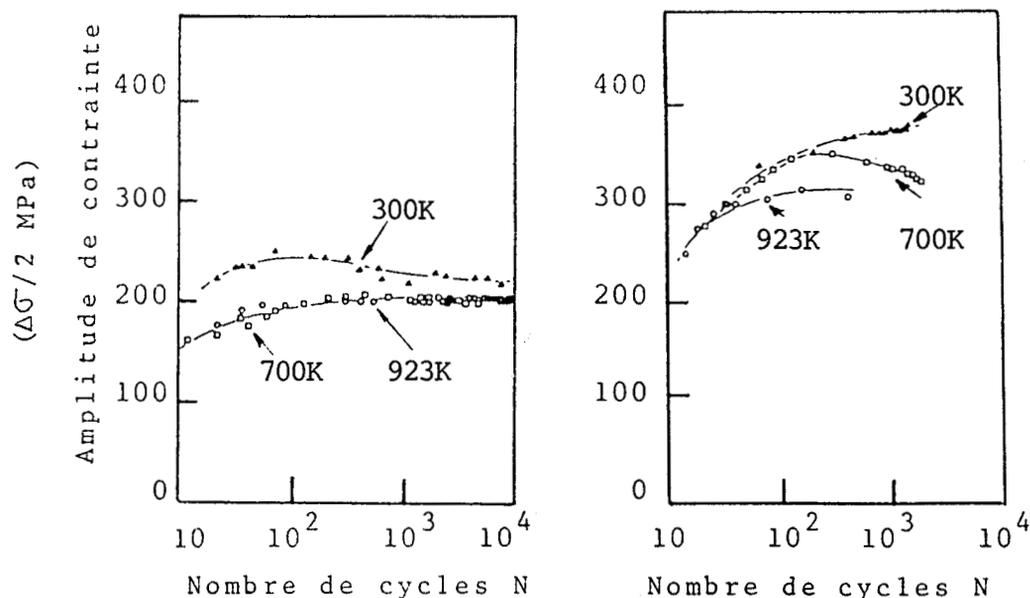
L'observation des lames est réalisée sur un microscope Jéol 100 CX opérant à 100 ou 120 kV du département Génie Métallurgique de l'Ecole Polytechnique de MONTREAL.

## II - ECROUISSAGE CYCLIQUE

### *Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles N*

L'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage est donnée figure 1-1 pour l'essai à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  et figure 1-2 pour l'essai à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ .

Chaque figure comporte les 3 températures d'essai.



*Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles de l'acier 316*

*Figure 1.1  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$*

*Figure 1.2  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$*

A 300 K et pour la plus faible variation de déformation ( $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ), un durcissement apparaît au cours des cents premiers cycles suivi d'un léger adoucissement. Pour cette même amplitude de déformation, à 700K et 923K, la contrainte croît au cours des 500 premiers cycles pour se stabiliser par la suite. Notons que la valeur de la contrainte est identique à 700 K et 923 K.

Pour la variation de déformation élevée  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ , à 300 K et 923 K, le matériau présente un durcissement important pour atteindre une période de stabilisation de la contrainte. A 700 K, l'évolution de la contrainte présente un maximum vers 150 cycles, de part et d'autre duquel un durcissement et un adoucissement très importants sont observés.

Pour l'essentiel, ces comportements sont caractéristiques des solutions solides recuites et des matériaux purs. Ils sont en bon accord avec ceux publiés sur les alliages type 316 [2] et sont analogues à ceux du cuivre [3]. Toutefois, le comportement à 700 K et  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  est singulier à cause de la présence de l'adoucissement. Cette singularité est également visible sur d'autres matériaux comme le laiton 70/30 [6] et dépend des conditions d'essai (essais sous amplitude de déformation totale ou plastique contrôlée). Par exemple, elle est présente dans l'alliage type 304 [4] cyclé à 600 K et  $\Delta\epsilon_p = 0.52\%$  mais absente [5] à  $\Delta\epsilon_t = 2\%$  tant à 300K qu'à 750K et 1 000K.

#### *Evolution de la contrainte en fonction de $\epsilon_p$*

Cette courbe donne la représentation de la contrainte cyclique à saturation ou stabilisée (quand elle existe) en fonction de l'amplitude de déformation plastique. Si l'essai est conduit sous amplitude de déformation plastique contrôlée, c'est cette valeur qui est elle même utilisée pour tracer la courbe. Si l'essai est conduit sous amplitude de déformation totale contrôlée, alors on doit évaluer la déformation plastique soit en mesurant sur la boucle d'hystérésis la composante plastique, i.e. la déformation à charge nulle, ou en retranchant à la déformation totale la composante élastique par connaissance du module d'Young. Ces deux méthodes donnent en général des valeurs de déformation plastique légèrement différentes lorsque les valeurs des déformations sont élevées mais peuvent différer de manière importante dans le domaine des faibles amplitudes de déformation. Nous verrons par la suite que cette courbe est une donnée

intéressante car l'allure de la courbe représentative de la contrainte stabilisée en fonction de la déformation plastique est pour bon nombre de monocristaux directement corrélée à la présence de PSB.

Si le comportement mécanique du 316L est relativement bien décrit, celui du 316 l'est moins. Il est vrai que le singulier convient mal à caractériser la famille 316 dont les individus peuvent se distinguer par des teneurs en interstitiels (C, N) différentes. En particulier, l'établissement de la courbe d'érouissage cyclique n'est pas une donnée courante. Nous nous proposons ici de tracer cette courbe dans le cas des essais à 300 K pour lesquels la variété dans les structures de dislocations risque d'être plus importante qu'à 700 K et 923 K. La figure 1-3 a donc été établie à partir des données sur le présent alliage et aussi à partir des résultats provenant d'une étude précédente [35]. Dans chacun des cas, la déformation plastique a été mesurée sur la boucle à charge nulle. L'analyse de cette courbe indique un durcissement cyclique intense sur la gamme de déformation couverte.

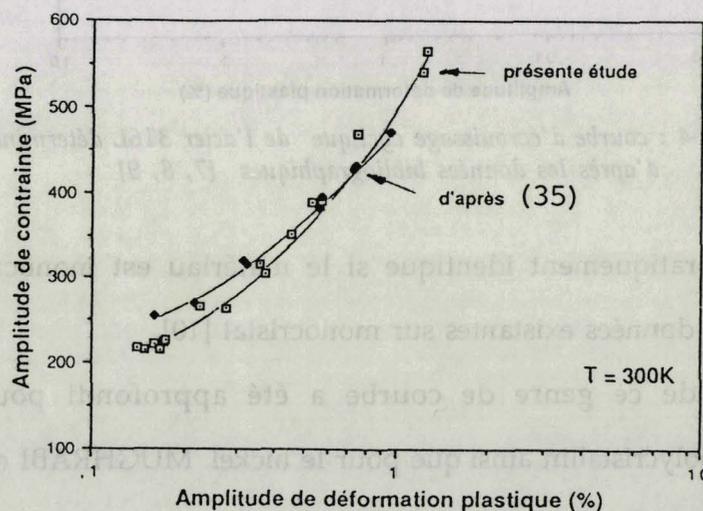


Figure 1.3 : courbe d'érouissage cyclique de l'acier 316 déterminée à 300 K d'après la présente étude et d'après [35]

Comparée à l'acier 316L, aucune différence significative n'est observée dans ce genre de courbe comme le montre la figure 1-4 établie à l'aide des données de MAGNIN et al [7], de GERLAND et al [8] et de DEGALLAIX et al [9]. MAGNIN et al et GERLAND et al ont réalisé des essais sous amplitude de déformation plastique

contrôlée. Les essais ayant été réalisés sous amplitude de déformation totale, DEGALLAIX et al ont mesuré la déformation plastique à charge nulle à partir de la boucle d'hystérésis.

Il faut toutefois signaler que les données de MAGNIN et al [7] couvrent un domaine de déformation plus étendu que le nôtre, en particulier pour les faibles amplitudes de déformation.

Dans cette portion de courbe ( $4 \cdot 10^{-5} < \Delta\epsilon_p < 10^{-3}$ ), l'augmentation de la contrainte avec  $\Delta\epsilon_p/2$  est beaucoup plus faible que dans la portion  $10^{-3} < \Delta\epsilon_p/2 < 10^{-2}$ .

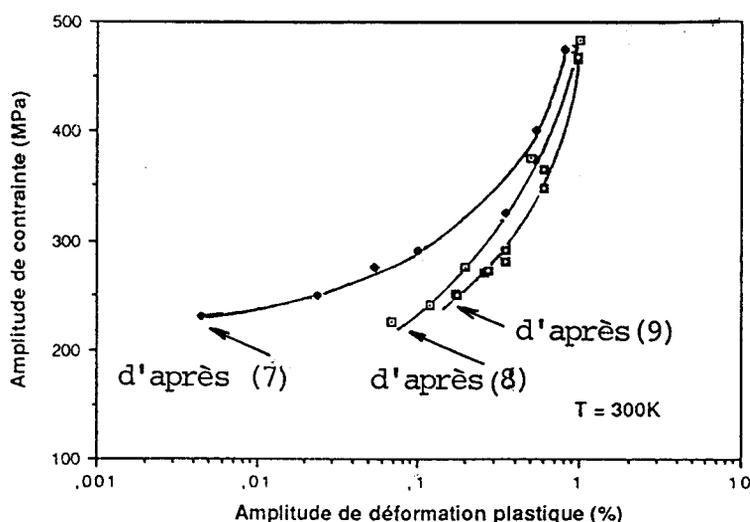


Figure 1-4 : courbe d'écrouissage cyclique de l'acier 316L déterminée d'après les données bibliographiques [7, 8, 9]

La situation est pratiquement identique si le matériau est monocristallin à la lumière des seules données existantes sur monocristal [10].

L'examen de ce genre de courbe a été approfondi pour le cuivre monocristallin et polycristallin ainsi que pour le nickel. MUGHRABI et al [11] (par exemple) dans un article consacré aux PSB montrent l'existence d'un plateau dont les limites étaient propres au matériau considéré. A titre d'exemple, pour le cuivre monocristallin, le plateau est observé pour  $8 \cdot 10^{-5} < \Delta\gamma_p/2 < 7.5 \cdot 10^{-3}$  où  $\Delta\gamma_p/2$  représente l'amplitude de déformation de cisaillement. L'intérêt de savoir si un tel plateau existe ou pas tient au fait qu'un changement radical de structure de dislocations se manifeste dès l'apparition du plateau et se poursuit tout au long

jusqu'à la fin du plateau. Pour les monocristaux de cuivre, d'argent et de nickel, le début du plateau correspond à l'apparition de la première PSB. On a donc comme arrangement de dislocations une structure en matrice si la valeur de la déformation plastique est en dessous du plateau et une structure en matrice + PSB si la valeur de la déformation plastique est sur le plateau. Une description plus détaillée de la structure en matrice et PSB sera proposée dans le paragraphe suivant. D'autres auteurs [12] ont étudié l'effet de l'orientation du monocristal sur cette courbe et montrent que les limites du plateau sont fonction de l'orientation. En ce qui concerne les polycristaux, l'analyse de ces courbes a donné lieu à beaucoup d'articles dont un des thèmes était l'existence ou l'absence de plateau [13]. Les études montrent d'une part un effet de la taille de grain sur l'existence du plateau d'abord puis sur l'étendue du plateau. Il s'avère que lorsque la taille de grain diminue, le domaine d'existence du plateau rétrécit [14]. Ce dernier disparaît parfois [15] et l'on parle plutôt d'un "changement de pente" (point d'inflexion). D'autres facteurs modifient également la présence et l'étendue du plateau comme la vitesse de déformation [16], l'addition d'éléments d'alliage ( n'oublions pas que tout ce qui vient d'être dit concerne des matériaux purs ou quasi purs ) et le précrouissage [17]. A l'exception de l'article de P. KETTUNEN et T. TIAINEN [18], la majorité des articles s'accordent sur le point d'associer la présence de PSB au plateau d'une manière similaire à ce qui a été dit sur le monocristal (par exemple [19]).

En conséquence, dans le cas étudié ici, ou bien un réel plateau n'existe pas, ou bien notre gamme de déformation n'est pas assez étendue vers les faibles valeurs de déformation ce qui aurait pour effet de le masquer. Comme l'analyse bibliographique précédente vient de le montrer, il faut être très prudent sur les conclusions à tirer de l'analyse de la courbe d'écrouissage cyclique. Compte tenu de l'absence de plateau dans la courbe d'écrouissage cyclique et la valeur de l'EDE moyenne, il n'est pas du tout certain que les PSB puissent se former dans l'alliage type 316.

L'objet du paragraphe suivant est de faire une évaluation des structures de dislocations en fonction de la température et, en particulier de montrer l'existence ou la non-existence d'une structure en PSB.

### III - EVALUATION DES -SOUS STRUCTURES DE DISLOCATIONS

*Dans ce paragraphe, nous allons exposer pour chaque température d'essai le ou les types de structures de dislocations qui se développent au niveau de déformation imposé. Nous comparerons ces structures avec celles de la littérature.*

#### III-1 :Température d'essai : 300 K

\*  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 35 000 cycles

L'arrangement des dislocations observé ici est assez typique des faibles amplitudes de déformation, avec un caractère non homogène de la déformation i.e. une variation du type d'arrangement de dislocations d'un grain à l'autre ainsi qu'à l'intérieur d'un même grain.

La figure 1.5 montre une structure très diffuse de dislocations qui correspond à des enchevêtrements.

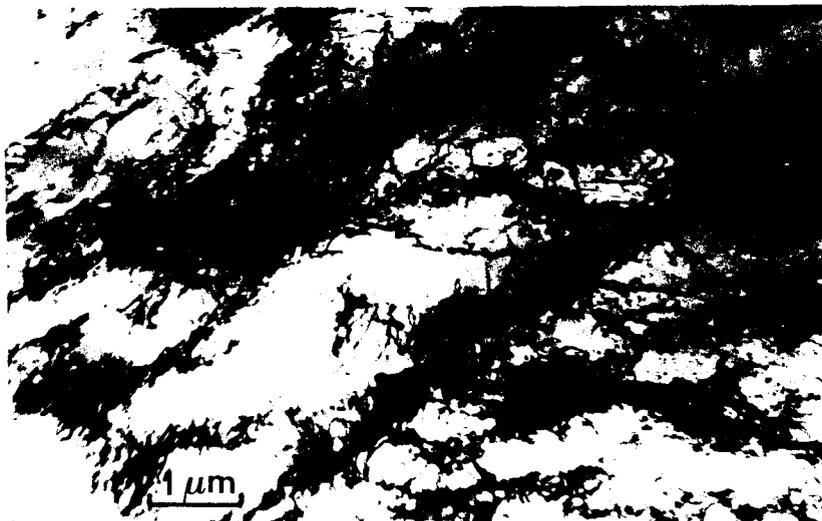


Figure 1.5 : enchevêtrement de dislocations  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300K$ ;  $N_R = 35\ 000$  cycles

D'autres zones suggèrent une déformation légèrement plus élevée pour laquelle on peut voir des zones riches et des zones pauvres en dislocations. Il s'agit de la structure en *matrice* constituée de *veines* et de *canaux* (figure 1.6).



figure 1.6 : arrangement en matrice (V : veine, C : canal)  
 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300K$ ;  $N_R = 35\ 000$  cycles

Les veines sont constituées d'un arrangement dense de dipôles et de multipôles de dislocations coins comme on peut le voir lorsque la veine n'est pas trop compacte (figure 1.7).



Figure 1.7 : veine diffuse où les dipôles sont visibles  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300K$ ;  $N_R = 35\ 000$  cycles

Ce réseau s'apparente à un réseau de TAYLOR [20] mais l'arrangement des dipôles n'est pas encore dans un état minimum d'énergie ce qui justifie l'emploi de "diffus" comme qualificatif de cette structure.

Les canaux occupent le même volume que les veines mais contiennent surtout des dislocations vis mobiles. Les mesures de densité de dislocations, par microscopie électronique à transmission, dans les veines et dans les canaux effectuées par MUGRHABI ( par exemple [21] ) dans du cuivre donnent  $\rho_{\text{veine}} = 10^{12} \text{ m}^{-2}$  et  $\rho_{\text{canal}} = 10^{13} \text{ m}^{-2}$ . Les veines ne peuvent pas accommoder de déformation plastique importante et le seul mécanisme capable d'accommoder de faibles déformations est le mécanisme du va-et-vient (flip-flop) proposé par FELTNER [22].

Juxtaposition de veines et canaux, la structure en matrice apparaît comme hétérogène. Etant donnée la faible capacité de cette structure à accommoder la déformation plastique, une évolution de celle-ci est à prévoir. Cette évolution est attendue de manière évidente en liaison avec les courbes d'érouissage cyclique présentant un plateau mais l'est moins dans le cas étudié ici.

La figure 1.8 montre effectivement un nouvel arrangement qui traverse la structure en matrice. Il s'agit ici d'une PSB.



Figure 1.8 : bande persistante de glissement (PSB) et matrice (M)  
 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300\text{K}$ ;  $N_R = 35\ 000$  cycles

Hormis les observations de GERLAND et al [8] publiées récemment, les PSB n'ont pas été observées dans cet alliage. Ceci tient en partie au fait que l'aspect des PSB dans ce matériau est moins typé que dans le cuivre et le nickel pour lesquels les PSB ressemblent à des échelles quand elles sont observées au MET. Par exemple, nous n'avons jamais observé de PSB de grande dimension noyée dans la matrice. De plus, comme nous le verrons au cours des prochaines observations, la structure en PSB apparaît comme une structure transitoire qui évolue rapidement vers une autre structure. La structure en PSB se distingue de la matrice par la présence de murs dipôlaire compacts ou "condensés". Les murs séparés par des canaux sont également constitués de dipôles, contiennent des dislocations secondaires mais sont plus compacts que les veines. La fraction volumique des murs de PSB est d'environ 10%. Les canaux des PSB contiennent une densité de dislocations légèrement plus élevée que celles de la matrice, environ  $10^{13} \text{ m}^{-2}$  [21]. Dans les canaux se déplacent les dislocations vis qui s'éliminent par annihilation. On est en présence d'un équilibre dynamique [23]. Le mécanisme semblant indispensable est le glissement dévié. [24]. JIN et WINTER [25] précisent le rôle du glissement dévié et établissent que celui-ci est très important au cours de la période d'accommodation du matériau cyclé dans le domaine du plateau mais peu important au cours de la période de saturation.

Par rapport à la structure en matrice, cet arrangement de dislocations apparaît hétérogène en ce sens qu'il est constitué de deux phases : une phase dure qui correspond à la matrice et une phase molle qui correspond à la PSB. L'occurrence de cette nouvelle structure permet d'accommoder une part importante de déformation plastique. A titre indicatif, LAIRD et al [26] montrent par interférométrie que les PSB sont capables d'accommoder 100 à 1000 fois plus de déformation plastique que les veines. Ainsi, la répartition de la déformation plastique est très hétérogène puisque l'essentiel de la déformation se concentre dans ces PSB.

PEDERSEN et WINTER [3] ainsi que BLOCHWITZ et KAHLE [27] modélisent cette hétérogénéité par une loi des mélanges en décomposant la déformation globale que reçoit le matériau en une déformation fortement localisée dans la PSB et une déformation faiblement accommodée par la matrice. Ce modèle est plus connu sous le nom de *modèle à deux phases*.

Un autre aspect souvent observé dans l'alliage étudié est la présence de cellules de dislocations dans la PSB (figure 1.9). Contrairement aux murs dipôlaire, ces cellules apparaissent désorientées comme l'indique les variations de contraste. Les parois des cellules de dislocations peuvent être qualifiées de composites car elles sont formées de dipôles de dislocations coins et de dislocations vis. La formation de ce type de cellules que nous avons observé est attribuée à un déséquilibre entre la production et l'annihilation des dislocations vis.

Des observations similaires ont été signalées par LEPISTØ et al [28] pour du cuivre monocristallin. D'autres associations similaires - PSB + cellules - ont également été observées par WANG et MUGHRABI [29] pour des monocristaux de cuivre où un durcissement secondaire était visible.

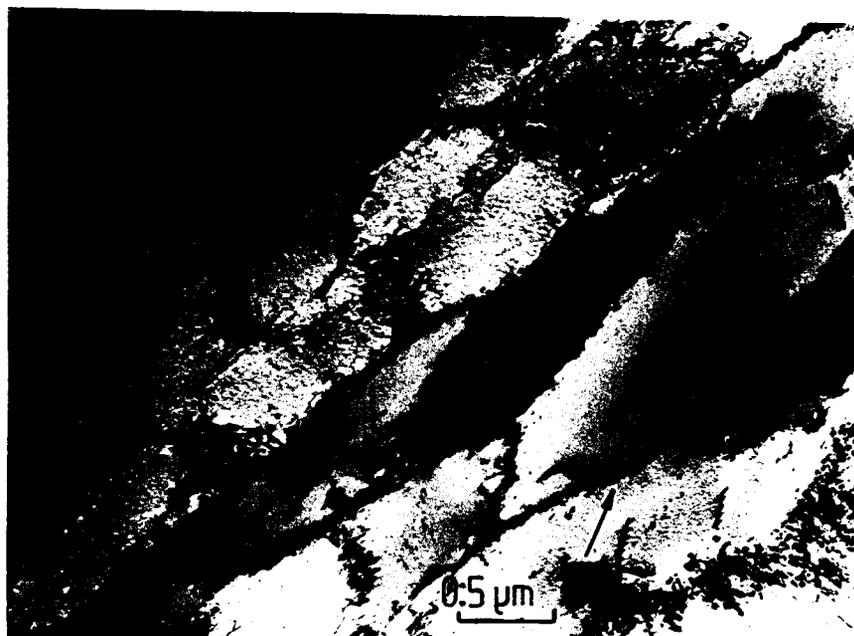


Figure 1.9 : formations de cellules de dislocations à travers une PSB  
 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300K$ ;  $N_R = 35\ 000$  cycles

Cette association est surprenante car elle fait apparaître côte à côte une structure typique des faibles déformations et une structure typique des fortes déformations.

\*  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  - Nombre de cycles à rupture : 4 500 cycles

L'augmentation de l'amplitude de déformation se traduit par la formation de nouveaux arrangements.

Les processus de transformation veine  $\rightarrow$  PSB sont encore en train de s'effectuer. La figure 1.10 montre que cette transformation correspond à un balayage des dipôles provoquant un éclaircissement de la veine de l'intérieur de la veine vers l'extérieur.

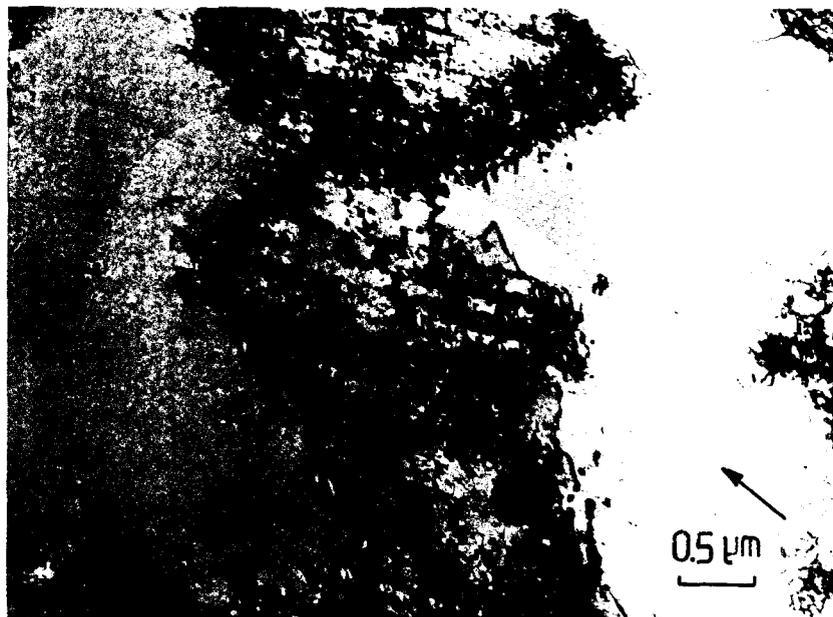


Figure 1.10 : formation d'un mur par éclaircissement de la veine du centre vers l'extérieur  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ ;  $T = 300\text{K}$ ;  $N_R = 4\,500$  cycles

Les veines dont les bords ne sont pas parfaitement rectilignes interdiront la rectitude des murs (figure 1.11). Les murs condensés visibles sur cette micrographie ne sont pas toujours très droits et présentent des bouts libres. Ils ne sont pas à l'état final qui correspond à une configuration de plus basse énergie. En effet, la présence de nombreux et courts segments de murs dipôlares produit des

champs de contraintes autour des extrémités de mur et la jonction entre murs libres pour donner des murs en forme de L ou de T tend à réduire les champs de contraintes [36, 37]. De plus, l'union de bouts diminue le nombre d'interfaces mur-canal où la compatibilité de la déformation est moins facile à assurer.

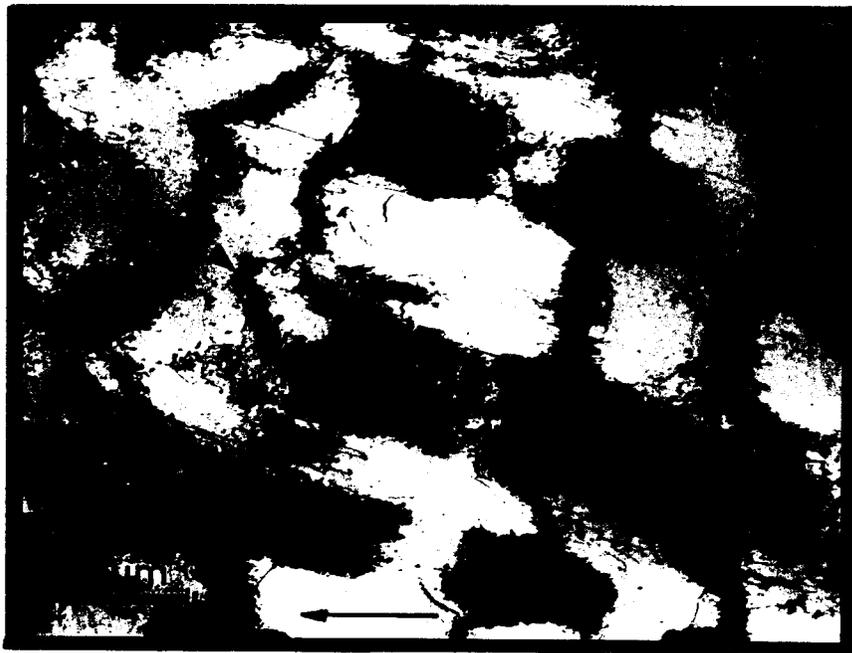


Figure 1.11: évolution d'une veine en bande persistante de glissement  $\Delta\epsilon_t = 1\%$ ,  $T = 300K$ ;  $N_R = 4\ 500$  cycles (▼indique un bout de mur libre )

La figure 1.12 est une micrographie prise à l'intérieur d'un grain où la facilité du glissement varie suivant la position dans le grain.

La partie gauche de la micrographie est une zone où les veines sont encore assez épaisses et où les processus de condensation ont peu évolué. Ce type d'arrangement est analogue à celui représenté figure 1.11. La partie droite de la micrographie présente des murs condensés définissant des canaux dans lesquels deux vecteurs de BURGERS se manifestent. La présence dans un grain de deux zones présentant une différence ou une transition dans l'arrangement des dislocations de ce type a également été observé par CHRIST et al [30] dans du cuivre.

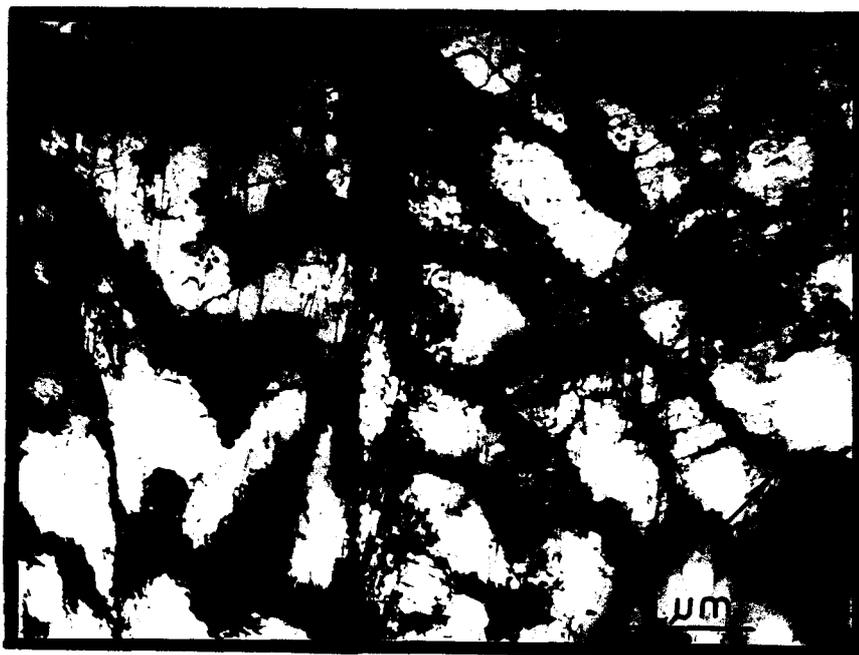


Figure 1.12 : mélange de 2 types d'arrangements  
 $\Delta\epsilon_t = 1\%$ ,  $T = 300K$ ;  $N_R = 4\ 500$  cycles

Il est délicat de savoir, avec les seules observations dont nous disposons, si la largeur des murs associés à un seul vecteur de BURGERS est identique à celles des murs contenant deux vecteurs de BURGERS. Pour cela, il aurait été nécessaire d'analyser ces murs sous plusieurs angles d'observation afin de s'affranchir d'éventuels effets de projection. Ces simples observations montrent la diversité dans les murs dipôlares, en particulier dans les orientations. Comme l'ont observé LEPISTØ et al [38] au sujet des types de murs de PSB formés dans le monocristal orienté soit pour le glissement simple soit pour le glissement multiple, nous observons un changement dans l'orientation entre nos deux types de murs. Les murs apparaissant plus espacés sont de réels murs de PSB avec une orientation probable  $\{110\}$  alors que les autres devraient être orientés vers  $\{111\}$ . Ces murs dont l'aspect est ondulé sont qualifiés par LEPISTØ et al [38] de murs "vermiformes" (worm like walls) .

La comparaison entre les micrographies 1.13 et 1.14 permet d'expliquer la formation de longs murs dipôlares. La première étape comme nous l'avons souligné consiste en une condensation de veines en murs dipôlares. Les murs dipôlares apparaissent alors isolés (figure 1.13) et à proximité de veines non

encore condensées. Pour une phase plus avancée, ces murs seront encore plus minces et les veines se condenseront. La formation de tels murs consiste à juxtaposer des portions élémentaires de murs. Il est alors aisé de comprendre l'allure des longs murs dipôlaire où l'épaisseur est variable le long d'un mur.



Figure 1.13 : formation de courts murs dipôlaire à partir de veines

$\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300K$ ;  $N_R = 4\ 500$  cycles



Figure 1.14 : longs murs dipôlaire obtenus par juxtaposition de murs courts

Sur la figure 1.14, il est possible de voir des dislocations qui quittent les murs dipôlaire. Les boucles ainsi émises seront constituées de segments vis qui se déplaceront dans les canaux et accommoderont la déformation plastique et de segments coins qui regagneront le mur voisin. Les murs dipôlaire agissent donc comme source de dislocations.

Un autre type d'arrangement possible lorsque deux vecteurs de BURGERS sont opérationnels est le *labyrinthe* (figure 1.15) qui se présente sous forme de murs condensés perpendiculaires entre eux pour certains cas de figures et définissant des canaux dans lesquels les dislocations vis peuvent glisser.

Cette structure est facilement reconnaissable quand le labyrinthe est complètement formé. La manière de former un labyrinthe de même que certains murs dipôlaire dépend de l'intensité du glissement secondaire et/ou du glissement dévié.



Figure 1.15: structure en labyrinthe bien formée  $\Delta\epsilon_t = 1\%$ ,  $T = 300K$ ;  $N_R = 4\ 500$  cycles

La micrographie 1.16 montre qu'une structure en labyrinthe est en train de se former au fur et à mesure de la production des dislocations. Il est possible de voir sur des micrographies de JIN et WINTER [39] que les labyrinthes ou longs murs dipôlaire peuvent également être le résultat d'une condensation de veines, l'éclaircissement de la veine se produisant aussi du centre vers l'extérieur. Les murs ainsi formés ne sont pas vermiformes car les veines sont rectilignes.

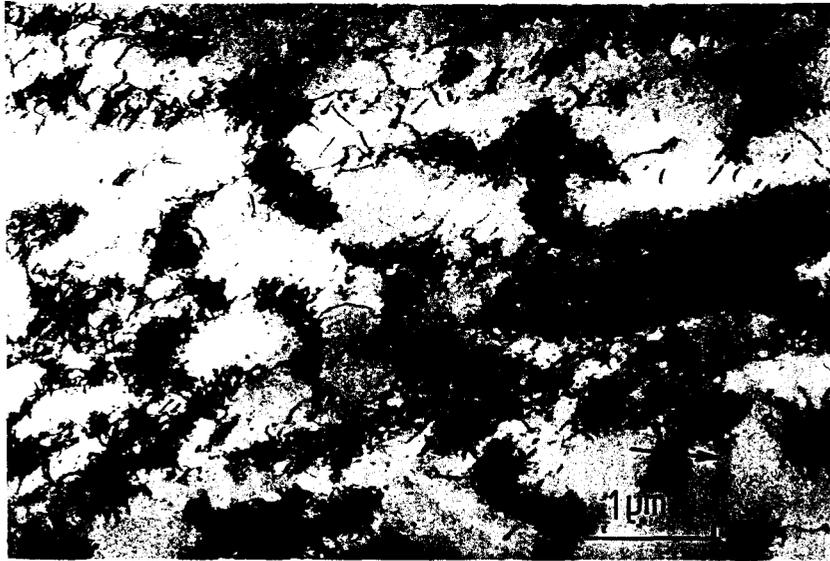


Figure 1.16 : structure en labyrinthe en formation  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ ,  $T = 300\text{K}$ ;  $N_R = 4\,500$  cycles

En résumé, les types d'arrangement de dislocations qui se forment à ce niveau de déformation,  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ , sont peu différents de ceux formés à  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ . L'apparition de nouvelles configurations est attribuée à un glissement secondaire et/ou dévié plus intense.

\*  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 1500 cycles

Le passage  $\Delta\varepsilon_t = 1\% \rightarrow 1.5\%$  est plus marquant que le passage  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\% \rightarrow 1\%$ .

La forte amplitude de déformation a activé plusieurs systèmes de glissement dès les premiers cycles de déformation.

La structure de dislocations qui en résulte est l'arrangement tridimensionnel en cellules équiaxiales parfaitement formées (figure 1.17) ou en cours de formation. Ce type d'arrangement se retrouve pratiquement pour la plupart des matériaux, quelle que soit la valeur de leur EDE, tant en déformation monotone que cyclique aux grandes amplitudes de déformation. Il se manifeste par une forte désorientation entre cellules se traduisant par un contraste marqué.



Figures 1.17 : cellules équiaxes  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ ,  $T = 300K$ ;  $N_R = 1500$  cycles

Pour des grains où le glissement multiple est réduit par une orientation défavorable, la structure en murs est observée avec naissance de cellules.

En résumé, le haut niveau de déformation a déclenché la formation de cellules ou de murs.

### III - 2 : Température d'essai : 700 K

Dans ce paragraphe, deux variations de déformation sont considérées :  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  et  $1.5\%$ . Compte tenu du fait que la courbe  $\sigma_a = f(N)$  à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  présente une singularité, nous avons décidé d'arrêter l'essai au bout de 200 cycles, c'est-à-dire pour un nombre de cycles correspondant à la valeur maximum de la contrainte afin d'analyser la sous-structure de dislocations créée dans ces conditions.

\*  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 20 000 cycles

A rupture, le type d'arrangement de dislocations sous ce niveau de déformation varie de manière radicale d'un grain à l'autre. Dans certains grains, on trouve un arrangement de dislocations en *amas* avec une densité de dislocations élevée et présentant un caractère *plan*. La présence de dipôles n'est pas visible( figure 1.18 ).

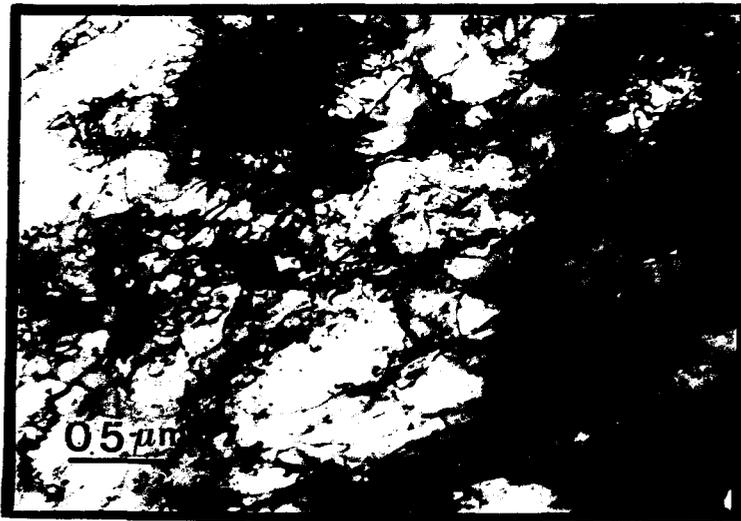


Figure 1.18: amas de dislocations  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ ,  $T = 700K$ ;  $N_R = 20\ 000$  cycles

Dans d'autres grains, des arrangements plans de dislocations où de longs segments courbés de dislocations vis sont observés sont encore visibles. Bien que les dislocations soient bien réparties, on note un début de formation de dipôles (figure 1.19 ). La présence de ces arrangements est surprenante. En effet, la micrographie 1.18 montrant la présence d'amas à 700K, suggère une configuration de dislocations de plus faible déformation que celle obtenue à 300 K. Or, la composante de la déformation plastique est du même ordre de grandeur dans les deux cas, la contrainte cyclique et, dans une moindre mesure, le module d'Young diminuant avec la température d'essai. Le type d'arrangement diffère de tous ceux exposés jusqu'ici car il suggère un glissement plan des dislocations. Or, l'augmentation de la température est plutôt connue pour favoriser le glissement dévié des dislocations

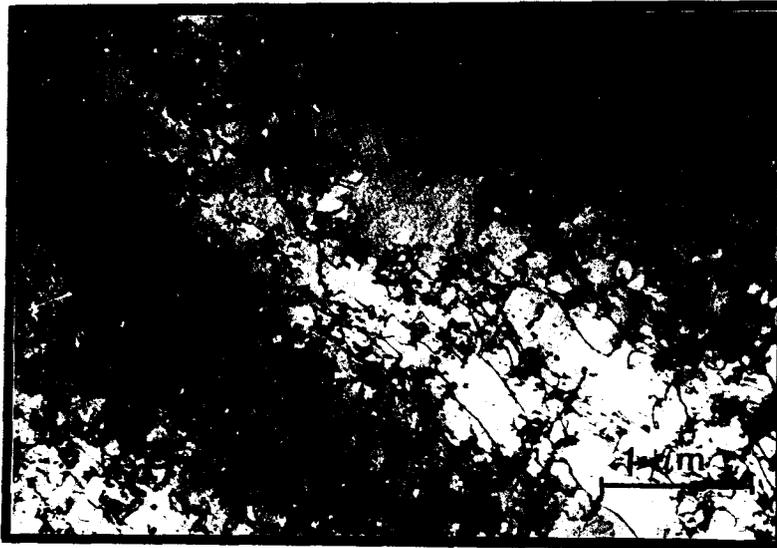


Figure 1.19: arrangement plan de dislocations  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ,  $T = 700\text{K}$ ;  $N_R = 20\ 000$  cycles

De telles observations surprenantes ont été également mentionnées dans l'alliage type AISI 316 cyclé à 700 K et  $\Delta\epsilon_t = 0.22\%$  par CHALLENGER et MOTEFF [31], par VIOLAN et GERLAND [32] et GHAFOUIRI et al [34] dans le 316L cyclé à 623 K respectivement dans le vide et à l'air. De même, nous avons observé une telle situation dans un alliage 25Cr-20Ni à 623 K [32].

Force est de constater que le changement de mode de glissement (ondulé  $\rightarrow$  plan) observé lors de cette augmentation de température indique que la corrélation entre le type d'arrangement, et par suite le mode de glissement avec la valeur de l'EDE n'est pas la seule à prendre en compte. D'autres arguments expliquant le glissement plan des dislocations devront donc être suggérés.

\*  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 1 000 cycles

#### *Analyse à $N = 200$ cycles*

La forte amplitude de contrainte à peine plus faible toutefois que celle mesurée à 300 K a développé une activité de glissement très intense. La structure en labyrinthe et en murs est observée. Des zones plus diffuses non condensées

sont également présentes. Les canaux des labyrinthes et des murs contiennent une densité de dislocations très élevée. Un détail de la structure en labyrinthe où l'on peut voir de nombreuses dislocations vis ainsi que de multiples boucles de dislocations est montré figure 1.20.

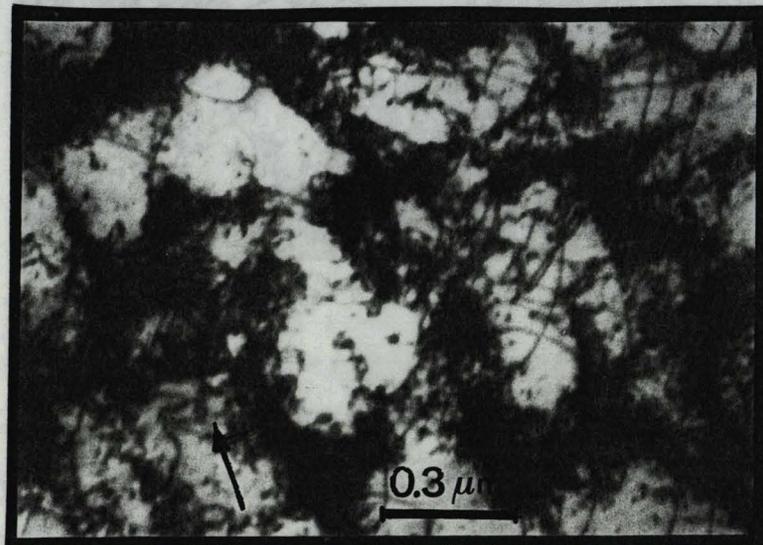


Figure 1.20: canaux de labyrinthes très encombrés 200 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ ,  $T = 700K$

Quelques murs courts apparaissent au travers de murs longs (figure 1.21). On note comme à  $T = 300K$ ,  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  la formation de cellules dans les murs dipôlares.



Figure 1.21 : arrangement en murs dipôlares et début de formation de cellules  
200 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ ,  $T = 700K$

L'espacement plus important entre les murs courts par rapport aux murs longs d'une part et le formation de cellules désorientées d'autre part suggèrent que des PSB peuvent se former à 700 K plus rarement qu'à 300 K mais se transforment très rapidement.

### *Analyse à la rupture*

La structure en murs et en labyrinthe est toujours présente mais les canaux sont éclaircis . De plus, on note en plus une quantité plus importante de cellules.

*En résumé, durant la phase d'accommodation, l'amplitude de déformation plastique importante correspondant à une amplitude de contrainte élevée a activé un glissement double très intense et ceci dès les premiers cycles mais pas assez pour développer du glissement multiple généralisé favorisant la formation de cellules. Celui-ci n'est atteint qu'au bout de 200 cycles à cause des très fortes interactions entre les nombreuses dislocations. L'activité probable de nouveaux plans de glissement et une réorganisation des arrangements en configuration de plus basse énergie conduit alors à un adoucissement du matériau.*

### III-3 : Température d'essai : 923 K

\*  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 10 000 cycles

Les types d'arrangements de dislocations formés à cette température ressemblent à ceux formés à 700 K.

Pour les grains où la structure est parfaitement formée, des longs murs très minces, des cellules équiaxiales (similaires à celles observées à la figure 1.17 ) et des labyrinthes (semblables à ceux de la figure 1.15 ) sont observés.

D'autres régions indiquent que l'arrangement des dislocations s'est produit plus lentement sous forme de murs très minces avec toutefois une densité de dislocations importante.

Un autre aspect d'une formation de murs est illustré à la figure 1.22.

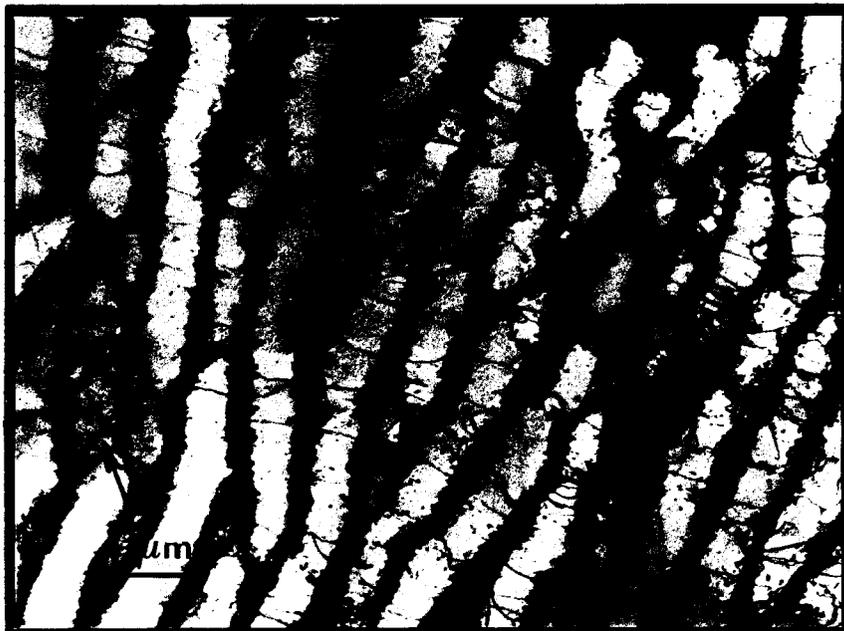


Figure 1.22 : murs à parois épaisses et irrégulières  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ ,  $T = 923\text{K}$ ;  $N_R = 10\ 000$  cycles

Bien que ces murs soient épais et non rectilignes, il est peu probable qu'ils se soient formés à partir de veines comme nous l'avons vu à 300 K pour les faibles

amplitudes de déformation. Compte tenu du fait que le glissement des dislocations est très facile à cette température, nous pensons que les murs se sont formés assez rapidement en cours de cyclage et seraient en pleine métamorphose. Ces murs seraient alors en train d'évoluer vers des cellules comme l'ont suggéré GERLAND et VIOLAN [33]. Alors que les cellules se forment en bandes dans les PSB, la formation de cellules apparaît de manière individuelle.

\*  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$  - Nombre de cycles à rupture : 700 cycles

La haute température associée à un niveau de déformation élevé entraîne du glissement multiple généralisé et par la suite la présence de cellules équiaxes analogues à celles décrites figure 1.13. La formation de bandes de cellules au travers de murs est également observée d'une manière similaire à la figure 1.21.

*En conclusion, les arrangements de dislocations formés à 923K sont homogènes et peu variés de grain en grain.*

### III - 4. Essais à deux amplitudes de déformation

Nous venons de voir au cours de l'analyse des structures de dislocations en fonction de la température qu'il existe trois manières de former des cellules. Par ailleurs, l'état cellulaire est reconnu pour correspondre à la plus stable des configurations de dislocations. Il est en outre admis que lorsque des cellules de dislocations sont formées, celles-ci ne peuvent être éliminées. On sait aussi que la taille des cellules formées dans un matériau à glissement dévié est reliée à la contrainte cyclique [5, 40] : elle croît quand la contrainte diminue. De plus, lorsqu'une taille de cellules est atteinte au bout d'un certain nombre de cycles qui correspond à une contrainte stabilisée, les cellules conserveront leur taille jusqu'à la rupture. Si l'on vient à changer en cours de cyclage la contrainte à saturation, les

cellules adapteront leur taille quel que soit le sens suivant lequel le changement a lieu.

Que se passe-t-il quand la différence entre les valeurs des contraintes est très grande ? En particulier, comment évoluent les arrangements de dislocations quand pour chaque amplitude de contrainte mesurée des structures franchement différentes s'établissent?

On peut penser intuitivement que dans une telle situation, l'ordre suivant lequel les amplitudes de contraintes seront appliquées aura alors une importance. Considérons un essai de fatigue durant lequel deux variations de déformation sont employées :  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  et  $1.5\%$ . A chacune de ces deux variations de déformation correspond une contrainte cyclique à saturation et un arrangement typique de dislocations.

Pour l'essai à 300 K, les contraintes à saturation mesurées au cours de l'essai à amplitude de déformation unique valent respectivement 220 MPa et 375 MPa. Les structures de dislocations formées à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  consistent en la structure en matrice, PSB et bandes de cellules dans les PSB. A  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ , une structure cellulaire équiaxe est présente dans le matériau. Nous avons alors réalisé un essai en appliquant d'abord le niveau haut de déformation ( 825 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ ) puis le niveau bas de déformation ( environ 14 000 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ). La structure résultante de ce type d'essai est représentée figure 1.23.

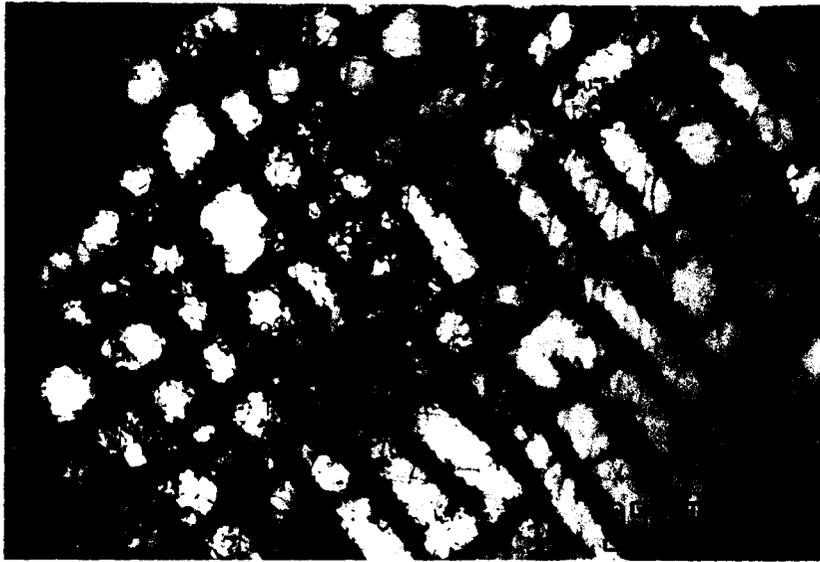
Aussi surprenant que cela puisse paraître, nous observons une modification de l'arrangement des dislocations tendant à agrandir et faire disparaître les cellules. De plus, un retour à l'état dipolaire semble se produire.

Un tel retour à l'état dipolaire est peu rencontré dans la littérature aux observations de LAIRD et al [39] près.



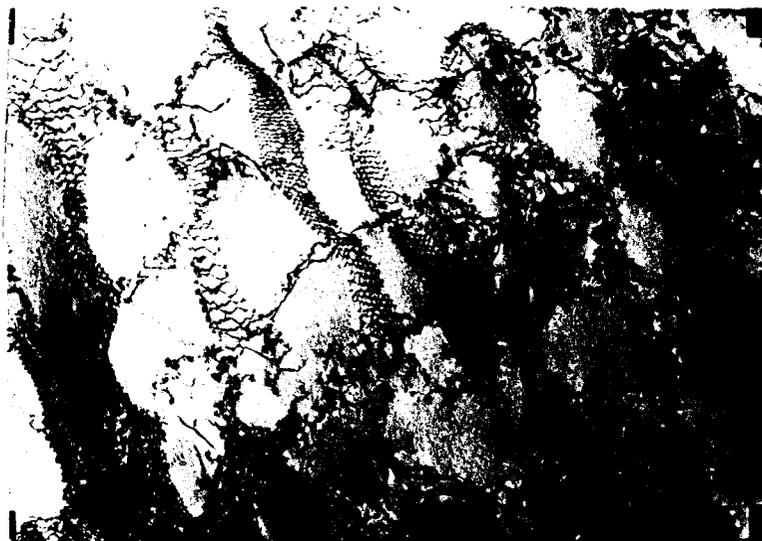
*Figure 1.23 : Elimination des cellules et retour à l'état dipolaire  
824 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  puis 14 000 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 300\text{ K}$*

Nous avons pratiqué la même expérience à la température d'essai extrême de 923K. La contrainte à saturation lors des essais à amplitude de déformation unique vaut 310 MPa à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  et 200 MPa à  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ . Nous avons d'abord analysé la structure de dislocations au bout de 200 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ . Des murs dipolaires et des labyrinthes souvent fermés (figure 1.24) ainsi que des cellules en formation caractérisent l'arrangement des dislocations.



*Figure 1.24 : Formation de cellules par fermeture de labyrinthes  
200 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$ ;  $T = 923\text{ K}$*

L'analyse finale après les deux variations de déformation appliquées ( 210 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$  et 4 000 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ ) montre cette fois une disparition du caractère dipolaire qui était manifeste après 200 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$ . On observe alors une restauration importante de la structure comme le montre la figure 1.25.



*Figure 1.25 : désintégration des murs dipôlares et restauration de la structure de dislocations  
210 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 1.5\%$  et 4 000 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ ;  $T = 923\text{ K}$*

La figure 1.25 montre des parois très fines de dislocations coins et de caractère non dipolaire. Les canaux que délimitent ces parois sont traversés par des parois de dislocations vis de type sous-joint de torsion.

LAIRD et al [39] interprètent leurs résultats par l'existence d'un déséquilibre entre la production et l'annihilation de dislocations. Dans leur étude (monocristal de cuivre), la contrainte à saturation mesurée pour le second niveau de déformation est inférieure à la contrainte à saturation mesurée pour la même amplitude de déformation au cours de l'essai à amplitude de déformation unique.

Dans notre cas, pour les deux températures d'essai considérées, la contrainte à saturation correspondant au second niveau est plus élevée que celle obtenue pour la même amplitude de déformation lors de l'essai à une seule amplitude de déformation. Une explication possible est alors que l'excédent de contrainte déstabilise les parois de cellules ou de murs qui se reconstruiront sous la configuration typique de l'amplitude de déformation du second niveau. A 923K, les mécanismes de restauration activés thermiquement de manière intense permettent d'annihiler les dipôles alors qu'à 300K on dispose d'une quantité de dislocations assez importante dont le réarrangement conduit aux veines.

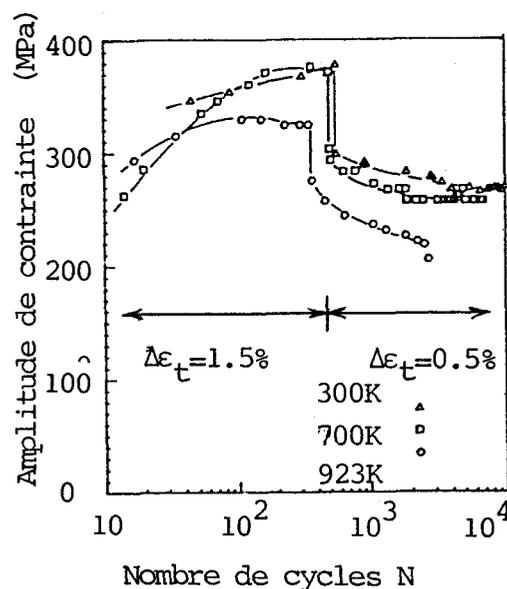


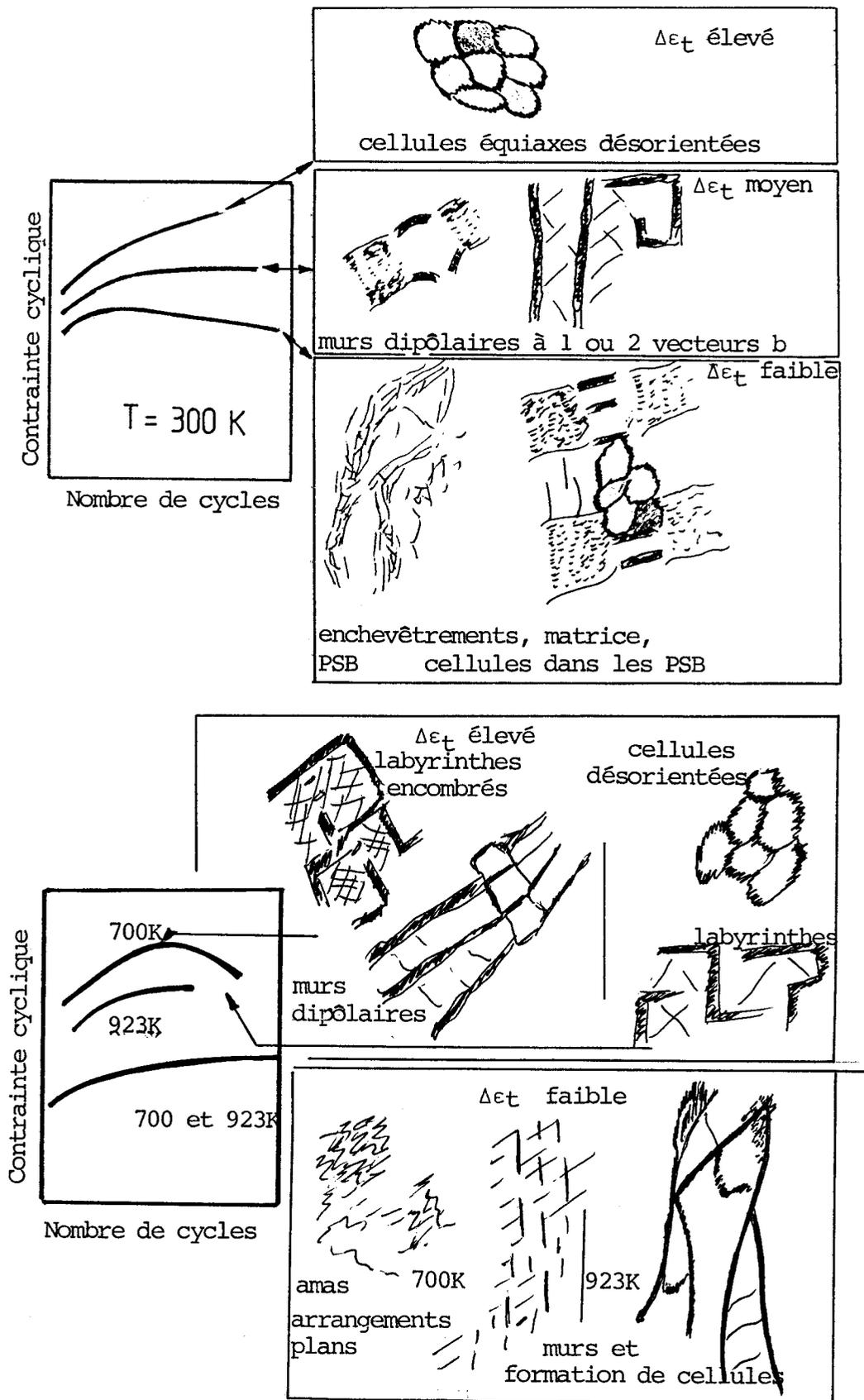
Figure 1.26 : Evolution de la contrainte au cours d'essais à deux amplitudes de déformation Acier 316; T = 300K et 923K; Δε<sub>t</sub> = 1.5 → 0.5%

*Ce chapitre montre qu'il existe des similarités entre les structures de dislocations formées dans ce matériau fortement allié et celles développées dans les métaux purs mono et polycristallins. L'acier type 316 présente pratiquement toutes les configurations de dislocations possibles. Il faut cependant être très méticuleux dans la reconnaissance des arrangements de dislocations dans ce type de matériau car ils apparaissent parfois d'une manière moins nette selon que le comportement mécanique laisse ou non présager la présence de configurations types. Par ailleurs, il faut noter une difficulté à retrouver certains arrangements (exemple PSB) à cause de leur rapide évolution vers de nouvelles configurations. Inversement, à cause de transformations tantôt plus graduelles ou tantôt plus rapides, il est possible de mieux comprendre certaines évolutions. C'est le cas de l'arrangement cellulaire qui peut être obtenu de quatre manières : par glissement multiple généralisé, en bandes dans les PSB, de manière isolée dans les murs dipôlares détruits en reconstruction et par fermeture et encombrements de labyrinthes. Nos résultats prouvent également que la structure cellulaire n'est pas une structure immuable et qu'il est possible de la faire évoluer vers d'autres arrangements.*

*D'une façon générale, la discussion présentée démontre que malgré le surcroît de complexité dû au caractère polycristallin des échantillons étudiés, la relation entre les lois de comportement mécanique en fatigue oligocyclique et la microstructure est accessible même si les variétés des morphologies microscopiques observées est importante.*

*Cette relation est illustrée par les figures suivantes.*

**EVOLUTION DES STRUCTURES DE DISLOCATIONS EN FONCTION DE LA  
TEMPERATURE ET DE LA DEFORMATION CYCLIQUE DE L'ACIER  
INOXYDABLE AUSTENITIQUE 316**





## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 1

- 1 - M. BERNARD-CONNOLLY, A. BIRON, T. BUI QUOC  
Low cycle cumulative damage with two-strain repeated blocks on a stainless steel at high temperature  
Transactions of the Canadian Society of Mechanical Engineers, 1978-79, Vol. 5, pp. 173-178
  
- 2 - G. BRUN, J.P. GAUTHIER et P. PETREQUIN  
*Etude de la fatigue oligocyclique d'un acier Z2 CND17-12 (type AISI 316L)*  
Mémoires Scientifiques de la Revue de la Métallurgie, Juillet-Août 1976, pp. 461-483
  
- 3 - K.V. RASMUSSEN and O.B. PEDERSEN  
*Fatigue of copper polycrystals at low plastic strain amplitudes*  
Acta Metallurgica, Vol. 28, 1980, pp.1467-1478
  
- 4 - A.P.L. TURNER  
*Cyclic deformation behavior of type 304 stainless steel at elevated temperature*  
Metallurgical Transactions A, Vol.10A, 1979, pp.225-234
  
- 5 - H. ABDEL-RAOUF, A. PLUMTREE and T.H. TOPPER :  
*Temperature and strain dependence of cyclic deformation response and damage accumulation in OFHC copper and 304 stainless steel*  
Metallurgical Transactions A, Vol. 5A, 1974, pp. 267-277
  
- 6 - N . MARCHAND, J.-P. BAILON and J.I. DICKSON  
*The cyclic response and strain life behaviour of polycrystalline copper and  $\alpha$ -brass*  
Compte rendu de la 2ème conférence "Defects, Fracture and Fatigue"  
édité par G.C. SIH et J.W. PROVAN, Martinus Nijhoff Publishers, 1983, pp.195-208
  
- 7 - T. MAGNIN, C. RAMADE, J.LEPINOUX and L.P. KUBIN  
*Low cycle fatigue damage mechanisms of FCC and BCC polycrystals: homologous behaviour ?*  
Materials Science and Engineering, Vol. A118, 1989, pp.41-51
  
- 8 - M. GERLAND, J. MENDEZ, P. VIOLAN and B. AIT SAADI  
*Evolution of dislocation structures and cyclic behaviour of a 316L type austenitic stainless steel cycled in vacuo at room temperature*  
Materials Science and Engineering, Vol. A118, 1989, pp.83-95
  
- 9 - S. DEGALLAIX, J.-B. VOGT et J. FOCT  
*Influence de la teneur en azote interstitiel sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques*  
Mémoires et Etudes Scientifiques de la revue de Métallurgie, Nov. 1983, pp.619-633
  
- 10 - C. GORLIER  
*Mécanismes de fatigue plastique de l'acier 316L sous formes monocristalline et polycristalline*  
Thèse de docteur ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 1984

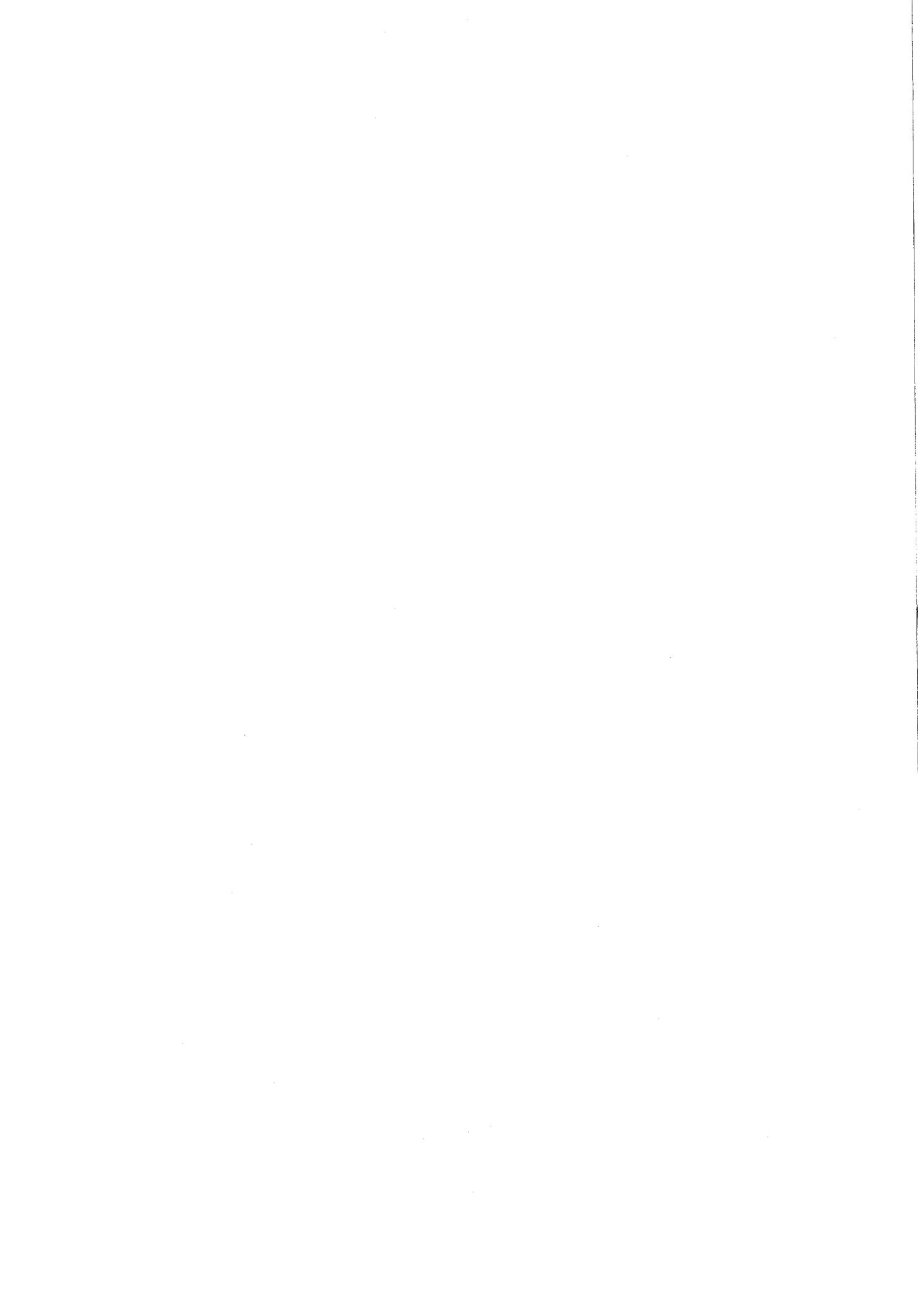
- 11 - H. MUGHRABI, F. ACKERMANN and K. HERTZ  
*Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals*  
Compte rendu du symposium "Fatigue mechanisms" édité par J.T. FONG  
ASTM STP 675, 1979, pp.69-105
- 12 - K. MECKE and C. BLOCHWITZ  
*Saturation dislocation structures in cyclically deformed nickel crystals of different orientations*  
Crystal Research and Technology, Vol. 17, 1982, pp.743-758
- 13- P. LUKAS and L. KUNK  
*Is there a plateau in the cyclic stress-strain curves of polycrystalline copper ?*  
Materials Science and Engineering, Vol. 74, 1985, L1-L5
- 14 - K.V. RASMUSSEN and O.B. PEDERSEN  
*Cyclic deformation of copper polycrystals*  
Compte rendu de la conférence "ICSMA 5" édité par P. HAASEN, V. GEROLD and G. KOSTORZ, Pergamon Press, 1980, pp. 1219-1223
- 15 - J. POLAK and M. KLESNIL  
*Cyclic stress-strain response and dislocation structures in polycrystalline copper*  
Materials Science and Engineering, Vol.63, 1984, pp.189-196
- 16 - J. BOUTIN, N. MARCHAND, J.-P. BAILON and J.I. DICKSON  
*An intermediate plateau in the cyclic stress-strain curve of a brass*  
Materials Science and Engineering, Vol.67, 1984, L23-L27
- 17 - D.P. BHAT and C. LAIRD  
*The cyclic stress-strain curves in monocrystalline and polycrystalline metals*  
Scripta Metallurgica, Vol. 12, 1978, pp.687-692
- 18 - P. KETTUNEN and T. TIAINEN  
*Strain hardening in monotonic and cyclic deformation of polycrystalline FCC metals*  
Scandinavian Journal of Metallurgy, Vol.10, 1981, pp.253-256
- 19 - K. MECKE, C. HOLSTE and W.F. TARENTJEV  
*Dislocation arrangements in cyclically deformed polycrystalline molybdenum*  
Kristall und Technik, Vol. 15, 1980, pp. 83-91
- 20 - D. KUHLMANN-WILSDORF  
*Dislocation behavior in fatigue - Properties of loop patches : Do they participate in fatigue cycling ?*  
Materials Science and Engineering, Vol.39, 1979, pp.127-139
- 21 - H. MUGHRABI  
*Cyclic deformation and fatigue : some current problems*  
Compte rendu de la conférence "ICSMA7" édité par H.J. Mac QUEEN, J.-P. BAILON, J.I. DICKSON, J.J. JONAS and M.G. AKBEN, Pergamon Press, Vol. 3, 1985, pp. 1917-1942

- 22 - C. LAIRD  
*The application of dislocation concepts in fatigue*  
Dislocations in solids edité par F.R.N. NABARRO,  
North- Holland Publishing Company, 1983, pp.56-120
- 23 - U. ESSMANN and H. MUGHRABI  
*Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities*  
Philosophical Magazine A, Vol. 40, N° 6, 1979, pp.731-756
- 24 - U. ESSMANN  
*Irreversibility of cyclic slip in persistent slip bands of fatigued pure FCC metals*  
Philosophical Magazine A, Vol. 45, N° 1, 1982, pp.171-190
- 25 - N.Y. IN and A.T. WINTER  
*The role of cross slip of screw dislocations in fatigue behaviour of copper single crystals*  
Compte rendu de la conférence "Basic questions in fatigue", édité par J.T. FONG and R.J. FIELDS, ASTM STP 924, 1988, pp.17-25
- 26 - C. LAIRD, J.M. FINNEY, D. KUHLMANN-WILSDORF  
*Dislocation behavior in fatigue - Variation in the localization of strain in persistent slip bands*  
Materials Science and Engineering, Vol. 50, 1981, pp.127-136
- 27 - C. BLOCHWITZ and E. KAHLE  
*A method for the determination of the cyclic stress-strain curve of persistent slip bands in fatigued single crystals*  
Kristall und Technik, Vol. 15, 1980, pp.977-986
- 28 - T.K. LEPISTØ, V.-T. KUOKKALA and P.O. KETTUNEN  
*Dislocation arrangements in cyclically deformed copper single crystals*  
Materials Science and Engineering, Vol. 81, 1986, pp.457-463
- 29 - R. WANG and H. MUGHRABI  
*Secondary cyclic hardening in fatigued copper monocrystals and polycrystals*  
Materials Science and Engineering, Vol. 63, 1984, pp. 147-163
- 30 - H.-J. CHRIST, H. MUGHRABI and C. WITTIG-LINK  
*Cyclic deformation behaviour, microstructure and fatigue crack initiation of copper polycrystals fatigued in air and in vacuum*  
Compte rendu de la conférence "Basic mechanisms in fatigue of metals" édité par P. LUKAS et J. POLAK, Czechoslovak Academy of sciences, 1988, pp. 83-91
- 31 - K. D. CHALLAENGER and J. MOTEFF  
*Characterization of the deformation substructure of AISI 316 stainless steel after high strain fatigue at elevated temperatures*  
Metallurgical Transactions, Vol.3, 1972, pp. 1675-1678

32. - J.-B. VOGT, T. MAGNIN and J. FOCT  
*Factors influencing planar slip during fatigue in FCC stainless steels*  
Compte rendu de la conférence "Fatigue 90" édité par H. KITAGAWA et T.TANAKA,  
Materials and Component Engineering Publications Ltd, 1990, Vol. I, pp. 87-92
- 33 - M. GERLAND et P. VIOLAN  
*Durcissement cyclique secondaire et configuration des dislocations dans l'acier inoxydable Z3CND 17-12 fatigué à 600°C sous vide*  
Compte rendu de la Conférence "Fatigue à haute température" édité par la Société Française de Métallurgie, 1986, pp. 64-72
- 34 - S.N. GHAFOURI, R.G. FAULKNER and T.E. CHUNG  
*Microstructural developments in type 316L stainless steel during low-cycle fatigue at 350°C-550°C and their effects on cyclic strength and life*  
Materials Science and Technology, Vol. 2, 1986, pp.1223-1232
- 35 - J.-B. VOGT  
*Influence de la teneur en azote sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 hypereffortés*  
Thèse de 3ème cycle, Université de Lille, 1983
- 36 - P. CHARLEY and D. KUHLMANN-WIRSLDORF  
*Configuration of {100} dislocation walls formed during fatigue*  
Philosophical Magazine A, 1981, Vol. 44, n°6, pp. 1351-1351
- 37 - C. LAIRD, P. CHARLEY and H. MUGHRABI  
*Low energy dislocation structures produced by cyclic deformation*  
Material Science and Engineering, 1986, Vol. 81, pp. 433-450
- 38 - T. LEPISTØ, V.-T. KUOKKALA and P. KETTUNEN  
*The PSB structure in multiple-slip oriented copper single crystals*  
Scripta Metallurgica, 1984, Vol. 18, pp. 245-248
- 39 - C. LAIRD, Z. WANG, B.-T. MA and H.-F. CHAI  
*Low energy dislocation structures produced by cyclic softening*  
Materials Science and Engineering, Vol. A113, 1989, pp. 245-257
- 40 - E.S. KAYALI and A. PLUMTREE  
*Stress-substructure relationships in cyclically and monotonically deformed wavy slip mode metals*  
Metallurgical Transactions A, Vol. 13A, 1982, pp. 1033-1041

## **CHAPITRE 2**

**EFFET D'UNE DIMINUTION DE TEMPERATURE ET D'UNE ADDITION  
D'AZOTE SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS L'ACIER 316 :  
MISE EN EVIDENCE DU GLISSEMENT PLAN**



## CHAPITRE 2

# EFFET D'UNE DIMINUTION DE TEMPERATURE ET D'UNE ADDITION D'AZOTE SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS L'ACIER 316 MISE EN EVIDENCE DU GLISSEMENT PLAN

*Au cours du premier chapitre, nous avons montré que les arrangements de dislocations formés par fatigue dans l'alliage 316 présentaient une grande diversité suivant l'amplitude de déformation imposée dans un intervalle de température important. Toutes ces microstructures, à l'exception de celle formée à 700K et  $\Delta\varepsilon_f = 0.5\%$ , sont caractéristiques d'un glissement facile, dévié ou multiple.*

*Dans cette partie, nous allons montrer qu'une variation des conditions d'essai (diminution de température) ou qu'une variation de la composition chimique (teneur en azote) modifie d'une part le caractère du glissement des dislocations et d'autre part les mécanismes de déformation.*

### I - COMPOSITION CHIMIQUE ET CARACTERISTIQUES MECANIQUES DES ACIERS ETUDIES

#### I-1 : COMPOSITION CHIMIQUE

Les aciers étudiés proviennent de coulées industrielles fournies par UNIREC. Deux coulées ont été élaborées et les compositions chimiques sont données dans le tableau 2.1

Acier 316L										
C	N	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Al	B
0.024	0.033	1.601	0.530	0.013	0.010	13.58	17.40	2.139	0.006	0.0025
Acier 316LN										
C	N	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Al	B
0.023	0.235	1.518	0.534	0.012	<0.01	13.69	17.22	2.223	0.007	0.0018

Tableau 2.1 : composition chimique en % massique des alliages étudiés

Les produits forgés se présentent sous forme de barreaux et plaques corroyées à 1500 K avec un taux de corroyage de 1.4.

Une hypertrempe à l'eau précédée d'une mise en solution à 1400 K pendant 3 heures permet d'obtenir une austénite sans ferrite. Ceci est confirmé par les tests au sigmamètre. Une analyse au spectromètre à décharge lumineuse indique que les éléments en quantité majeure, dont l'azote, sont en teneur constante à partir de 0.1 mm du bord de la pièce. Après l'usinage des éprouvettes d'essai mécanique, la répartition des éléments est homogène et sans ségrégation dans le matériau. Notons au passage que ces coulées ne diffèrent de manière significative que par la teneur en azote ce qui a pour but de mettre en évidence sans ambiguïté le rôle de cet élément.

La taille de grain est de 80  $\mu\text{m}$  pour le 316L et 55  $\mu\text{m}$  pour le 316LN.

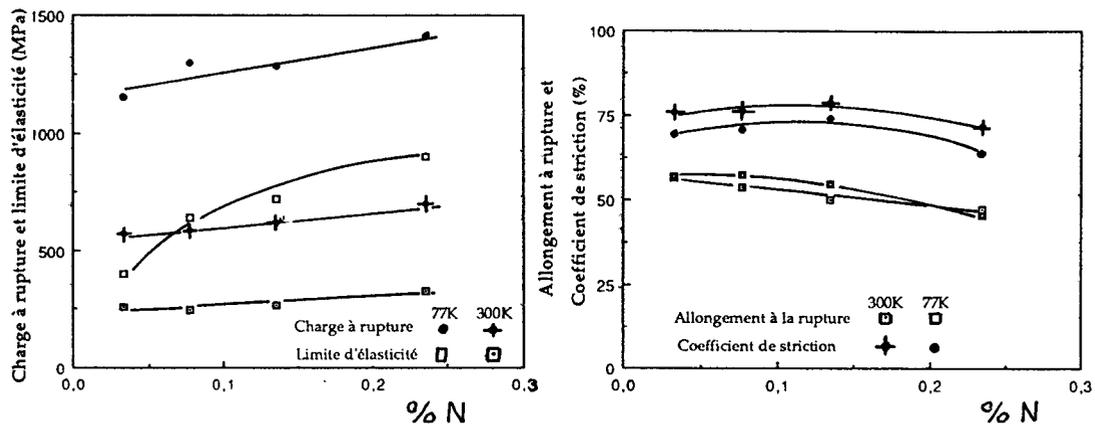
L'application de la relation de PICKERING [12] ( $M_s = 497 - 810 (C) - 1230 (N) - 13 (Mn) - 30 (Ni) - 12 (Cr) - 54 (Cu) - 46 (Mo)$ ) donne une température  $M_s$  inférieure à 0 K indiquant qu'aucune transformation martensitique n'est atteinte par simple abaissement de la température.

Dans les paragraphes suivants (I-2 et I-3), nous donnons quelques caractéristiques mécaniques (traction monotone, fatigue propagation) obtenues à basse température mais ne constituent pas l'essence même de ce chapitre. Le point central concerne la fatigue plastique à basse température des aciers 316L et 316LN.

## **I-2 : PROPRIETES DE TRACTION MONOTONE A BASSE TEMPERATURE**

Afin d'étudier l'effet de l'azote sur les propriétés mécaniques à basse température, nous avons réalisé des essais supplémentaires sur d'autres aciers dont la teneur en azote est de 0.077% et 0.135% en masse.

L'évolution des caractéristiques fondamentales de traction monotone avec la teneur en azote est représentée figure 2.1 pour la limite d'élasticité ( $\sigma_E$ ) et la charge à rupture ( $R_m$ ) et figure 2.2 pour l'allongement à rupture (A) et le coefficient de striction ( $\Sigma$ ).



*Evolution à 77K et à 300K des caractéristiques mécaniques en fonction de la teneur en azote de l'acier 316L*

Figure 2.1 : limite d'élasticité et charge à rupture Figure 2.2 : allongement à rupture et striction

Une augmentation de la limite d'élasticité et de la charge à rupture avec la teneur en azote est observée aux deux températures d'essai, avec cependant un effet plus important à 77K qu'à 300K. L'allongement à rupture tend à diminuer quand le pourcentage d'azote augmente mais cette grandeur est au moins aussi intense à 77K qu'à 300K, voire même plus importante. La valeur du coefficient de striction est réduite par une diminution de la température d'essai et ne baisse sensiblement que pour les aciers à plus forte teneur en azote.

En termes d'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, le comportement de ces aciers est représenté par la figure 2.3 en diagramme bilogarithmique.

Pour chaque nuance étudiée, on note l'existence de deux régimes, i.e. deux pentes. Ces comportements à deux régimes présenté par l'érouissage monotone est semble-t-il typique des aciers inoxydables austénitiques (par exemple [1 - 3, 12, 13]). Le comportement monotone ne peut pas être représenté par une seule loi de LUDWIK sur toute la gamme de déformation plastique homogène et l'on est obligé d'utiliser 2 lois du type  $\sigma_v = K \epsilon_{tv}^n$  pour chacun des régimes. La position du changement de pente semble peu affectée par la teneur en azote contrairement aux

résultats de SOUSSAN [13]. Notons cependant que nos mesures de déformation ne sont pas identiques à celles de SOUSSAN.

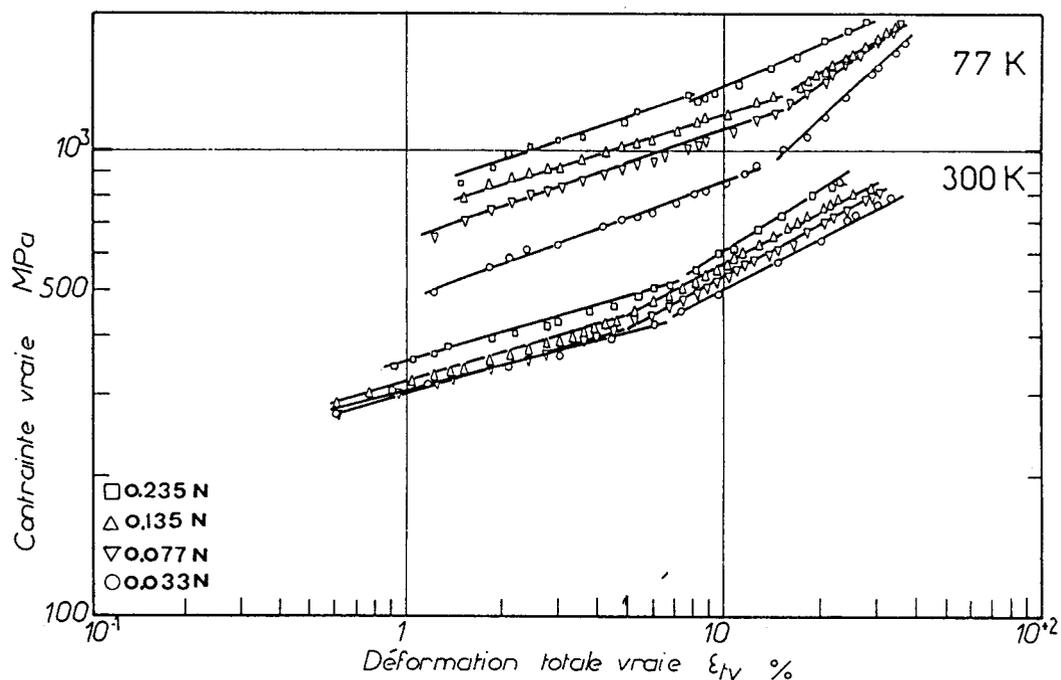


Figure 2.3 : évolution à 77 K et à 300 K de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie des divers aciers alliés à l'azote

Le tableau 2.2 rassemble les valeurs K, K', n et n' des relations :

$$\sigma_V = K \epsilon_{tv}^n \quad \text{pour le premier régime et}$$

$$\sigma_V = K' \epsilon_{tv}^{n'} \quad \text{pour le second régime}$$

où  $\sigma_V$  est la contrainte vraie et  $\epsilon_{tv}$  la déformation totale vraie.

	0.033%N.		0.077%N		0.135%N		0.235%N	
	300K	77K	300K	77K	300K	77K	300K	77K
K	303.8	479.4	304.65	636.96	318.06	723.70	352.72	801.14
n	0.181	0.251	0.191	0.229	0.193	0.216	0.201	0.238
K'	219.46	181.22	231.60	294.51	240.07	433.95	234.82	698.66
n'	0.363	0.617	0.361	0.514	0.373	0.405	0.417	0.294

Tableau 2.2 : valeurs des paramètres des lois d'écrouissage

Certains auteurs attribuent ce changement de pente à un changement dans l'arrangement des dislocations [1]. L'établissement d'une structure cellulaire serait responsable du second régime de la courbe  $\sigma_V - \epsilon_{TV}$ . D'autres auteurs [2] mettent plutôt en cause un changement dans le mode de glissement pour expliquer cette singularité. Dans le cas d'aciers inoxydables austénitiques métastables [3, 12], un écart à la règle de LUDWIK est relié à la transformation martensitique induite par déformation. Nous n'avons pas focalisé notre attention sur ce point puisque nos essais sont effectués sur des aciers à teneur en azote variable d'une part, ce qui affecte alors le mode de glissement, et à 2 températures d'essais, ce qui implique de prendre en considération en même temps les paramètres qui viennent d'être énoncés. Nous pensons que ce comportement est le reflet d'une combinaison d'effets du mode de glissement des dislocations, de la stabilité de la phase austénitique et du joint de grain. Cependant, nous avons examiné aux rayons X l'éventuelle présence de nouvelles phases. Les échantillons présentant une striction importante, le montant de déformation des grains est variable d'un point à l'autre de la partie utile. Nous avons donc choisi de réaliser la diffraction sur une surface plane aussi proche que possible du faciès de rupture et obtenue par tronçonnage à la scie lente diamantée. Le diffractomètre SIEMENS est utilisé avec une anticathode au cobalt. A l'issue des essais à 300K, l'examen des diffractogrammes montre la présence de 2 pics situés à  $\theta = 25.41^\circ$  et  $\theta = 25.65^\circ$  ce qui correspond respectivement aux plans {111} de l'austénite et aux plans {002} de la martensite  $\epsilon$ . Notons cependant que pour le 316LN, la proximité de ces 2 pics se traduit par un épaulement. A la suite des essais à 77K, nous observons une transformation martensitique de type  $\alpha'$  révélée par un pic de diffraction à  $\theta = 26.175^\circ$  correspondant aux plans de type {110}. Cette transformation est particulièrement abondante pour les nuances à faible teneur en azote (0.033%N et 0.077%N) alors que les pics de la martensite  $\epsilon$  sont très atténués ou absents. En revanche, une situation inverse est observée dans le cas des aciers à forte teneur en azote (0.135%N et 0.235%N).

L'analyse des résultats peut alors être entreprise en confrontant l'effet des interstitiels à celui des transformations de phase. L'évolution de la limite d'élasticité pour chaque température considérée ne traduit que l'effet des interstitiels. Effectivement, aucune trace de martensite  $\alpha'$  n'a été décelée tant aux rayons X qu'en microscopie électronique à transmission après une déformation totale  $\epsilon_t = 1.25\%$ . Le durcissement est particulièrement intense à 77K. Une mobilité réduite des dislocations due à la basse température ainsi qu'un épinglage des dislocations très efficace causé par la présence de nombreux interstitiels conduit à un facteur 3 entre la limite d'élasticité de l'acier 316L à 300K pour obtenir celle de l'acier 316LN à 77K (voir figure 2.1). Quant à l'évolution de la charge à rupture avec la température, il faut distinguer les aciers à faible teneur en azote des aciers à forte teneur en azote (voir figure 2.2). Pour l'acier 316LN, la forte valeur de la charge à rupture est attribuée essentiellement à la forte teneur en interstitiels. En revanche, l'augmentation de la charge à rupture avec la diminution de température de l'acier 316L est attribuée à la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$ .

L'aspect des faciès de rupture obtenus par traction à 300K et à 77K consiste en un relief en cône et cratère. La zone centrale correspondant à la rupture par traction perpendiculaire à la section couvre environ 50% de la surface totale pour l'acier 316L et est légèrement plus faible pour l'acier 316LN. Dans ce dernier cas, le faciès de rupture est plus mouvementé. Les valeurs élevées de l'allongement à rupture et de la striction sont en relation avec le mode ductile de la rupture (figure 2.4) observé aux 2 températures d'essai. Le caractère ductile apparaît tant dans la zone d'amorçage (surface perpendiculaire à l'axe de sollicitation) que dans la zone de propagation (surface périphérique inclinée par rapport à l'axe de sollicitation).

Le mécanisme de propagation de la fissure est analogue à celui observé par C.D. BEACHEM et G.R. YODER [4] pour des aciers maraging ainsi que des aciers type 13Cr-8Ni-2Mo. Ce mécanisme prend en compte l'avancée de la fissure à l'échelle microscopique par rapport au plan de rupture macroscopique. Dans ces aciers, la

rupture se produit en zigzag par rapport au plan de rupture moyen par alternance de plan de cisaillement.

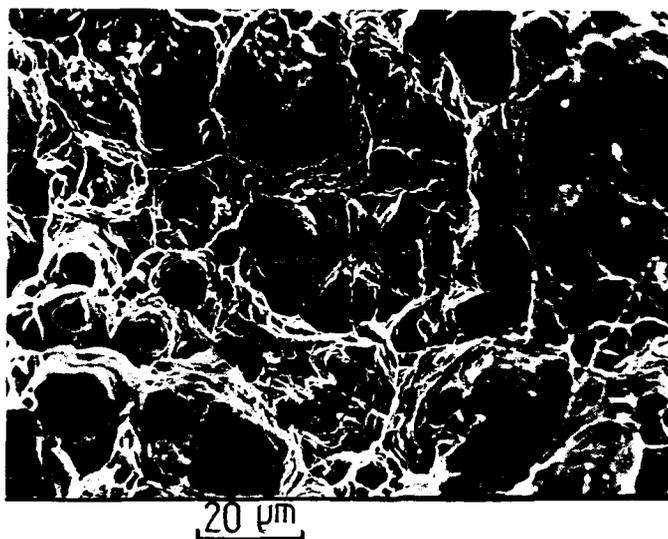


Figure 2.4 : aspect ductile de la rupture dans la zone de cisaillement, Acier 316LN, 77K

### I-3: COMPORTEMENT EN FATIGUE PROPAGATION

Des essais de fatigue propagation ont été réalisés au Centre de Recherches d'Unieux. Ils ont été conduits à 300K et à 77K sur les nuances 316L et 316LN en utilisant une machine servohydraulique de marque MTS et des éprouvettes de type CT25. Le rapport de charge (rapport entre charge minimum et charge maximum) est de 0.1, la charge maximum 1500 daN, et la fréquence de cyclage de 10 Hz. La longueur de fissure au cours du cyclage était mesurée par une méthode électrique (variation de la résistance de l'éprouvette). Avant l'essai proprement dit, les échantillons ont été pré-fissurés jusque 2 mm de longueur en diminuant progressivement la charge depuis 2 520 daN jusque 1 500 daN par saut de 10%. Signalons que cette procédure ne permet pas de discuter du comportement des matériaux à faible  $\Delta K$  et aura pour effet de donner des vitesses de fissuration plus faibles que la normale. Les vitesses d'avancées de fissure en fonction du facteur

d'intensité de contrainte sont représentée figures 2.5 et 2.6 respectivement pour les nuances 316L et 316LN.

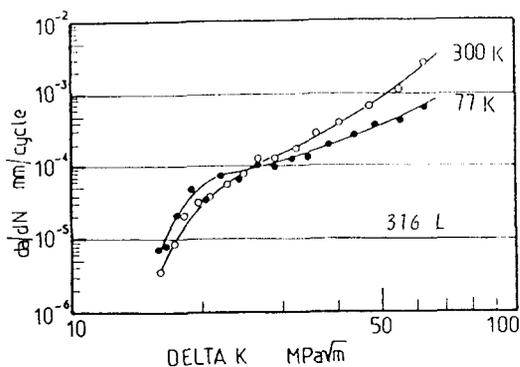


Figure 2.5 : courbe de fissuration de l'acier 316L déterminée à 77K et à 300K

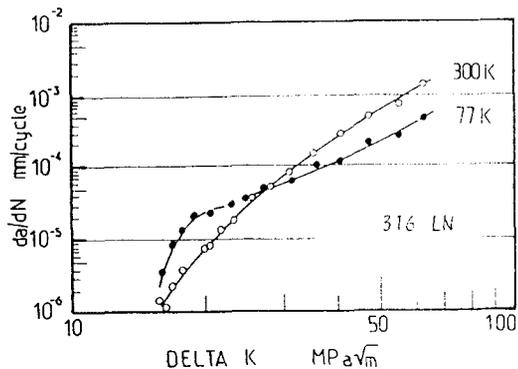


Figure 2.6 : courbe de fissuration de l'acier 316LN déterminée à 77K et à 300K

Compte tenu de la valeur trop importante des sauts de décharge (10%), nous ne pouvons commenter le comportement cyclique de ces matériaux qu'à partir de  $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , valeur du facteur d'intensité de contrainte où les vitesses de fissuration à 300K mesurées sont cohérentes avec la littérature [14]. A partir de cette valeur, la vitesse de fissuration des deux aciers considérés est plus importante à 300K qu'à 77K, cet écart augmentant avec le facteur d'intensité de contrainte.

L'addition d'azote a pour effet de ralentir la fissure aux deux températures d'essai comme le montre la figure 2.7.

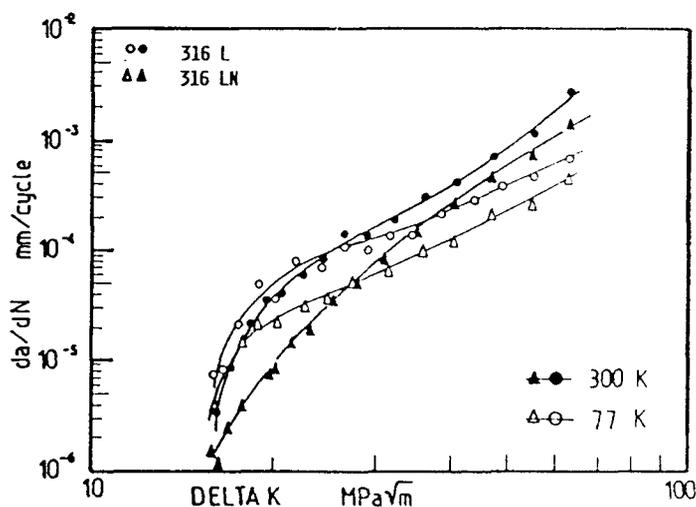


Figure 2.7 : effet de l'azote sur la vitesse de fissuration à 300K et à 77K

La métallographie optique révèle la présence de martensite dans la zone plastique juste en dessous de la surface de rupture. La quantité de phase transformée est plus importante pour les essais à 77K et plus particulièrement prononcée pour la nuance 316L.

Les analyses des faciès de rupture au microscope électronique à balayage indiquent que la rupture est transgranulaire dans tous les cas, cristallographique à stries fragiles (figure 2.8) aux basses vitesses et présentant des stries ductiles (figure 2.9) aux plus grandes vitesses. Bien que la détermination de la transition entre l'aspect cristallographique et l'apparition de stries ductiles ne soit pas facile, il semble que celle-ci ne soit pas affectée par la teneur en azote mais dépende plutôt de la température d'essai. La diminution de la vitesse de fissuration quand la température diminue ne peut donc pas s'expliquer par un changement des mécanismes de fissuration comme l'ont observé TOBLER et REED [5]. Nous l'interprétons par une diminution de l'ouverture en fond de fissure due à la présence de martensite  $\alpha'$  en quantité plus importante à 77K qu'à 300K. De tels effets de transformation de phase sur l'ouverture en fond de fissure sont connus pour l'acier austénitique métastable type 304 (18Cr-8Ni) [6].



Figure 2.8 : faciès à stries fragiles  
acier 316LN, T = 77K faible  $\Delta K$



Figure 2.9 : faciès à stries ductiles  
acier 316LN, T = 77K  $\Delta K$  élevé

L'ouverture en fond de fissure est également diminuée par la présence d'azote interstitiel qui augmente la consolidation cyclique. Ainsi, la présence de martensite  $\alpha'$  et la teneur en azote diminuent toutes deux la vitesse de fissuration par l'intermédiaire d'un mécanisme semblable. Il faut noter cependant une action plus efficace des interstitiels sur la résistance à la fatigue propagation que celle de martensite  $\alpha'$ .

Bien que les résultats à très faible vitesse de fissuration ne soient pas discutés ici de manière extensive, mentionnons que les effets de fermeture sont généralement très importants dans ce régime de vitesse. La fractographie (figure 2.10) ressemble néanmoins à celle observée par DICKSON et al [7] près du seuil de fissuration dans l'acier austénitique 316 et dans le laiton 70/30. Ces auteurs expliquent cette fractographie à l'échelle microscopique par la présence de jeux de microfacettes de type {111} associés à une fissuration le long de plans de glissement.



Figure 2.10: faciès à microfacettes (très faibles  $\Delta K$ ) dans l'acier 316LN,  $T = 77K$

## II - FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

### II-1 : MEHODES EXPERIMENTALES

Des essais de fatigue oligocyclique ont été effectués sur machine hydraulique servo-contrôlée MTS de capacité 100 kN. La charge est mesurée par une cellule de charge à jauges montée en série avec l'éprouvette. La déformation de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre à jauges de base de mesure 10 mm dont le domaine d'utilisation varie entre 8K (-265°C) et 448K (+175°C). L'amplitude de déformation maximum mesurable vaut 0.200. Les éprouvettes utilisées sont du type lisse cylindrique à têtes filetées et à extrémités coniques. Ces éprouvettes sont caractérisées par un diamètre utile de 8 mm sur une longueur de 15 mm. La longueur utile vaut 10 mm. Après l'usinage, celles-ci sont polies mécaniquement au papier de carbure de silicium grade 1200 puis électrolytiquement dans une solution contenant 20 parties d'acide acétique, 10 parties d'acide perchlorique et 1 partie d'eau distillée. De bonnes conditions de polissage ont été obtenues en agitant la solution à 20°C et en imposant un potentiel d'environ 17 volts.

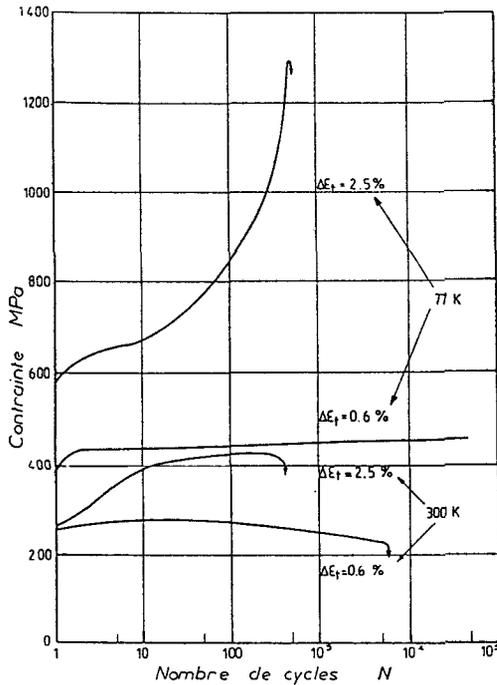
Les essais sont réalisés à 300K (température et atmosphère de la salle d'essais) et à 77K (température de l'azote liquide). Dans ce dernier cas, l'éprouvette et l'extensomètre sont immergés à la fois dans le bain d'azote liquide contenu dans un cryostat.

Deux amplitudes de déformation ont été choisies :  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$  et  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$  ainsi qu'une vitesse de déformation totale  $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### II-2 : ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE

#### Evolution des contraintes

L'évolution des contraintes en cours de cyclage est représentée figure 2.11 pour la nuance 316L et figure 2.12 pour la nuance 316LN pour chaque température d'essai et pour chaque amplitude de déformation.



Evolution de l'amplitude des contraintes avec le nombre de cycles  $N$  à 77K et à 300K  
 Figure 2.11 : acier 316L

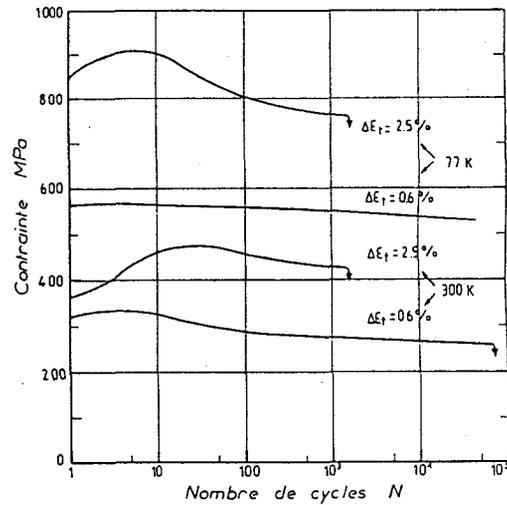


Figure 2.12 : acier 316LN

Il faut distinguer nettement les essais à bas niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t=0.6\%$ ) et les essais à haut niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t=2.5\%$ ). Dans le premier cas, l'évolution de la contrainte consiste en un durcissement suivi d'une quasi stabilisation pour l'acier 316L cyclé à 77K et d'un léger durcissement suivi d'un léger adoucissement pour ce même acier cyclé à 300K. L'acier 316LN présente un très léger adoucissement cyclique pour l'essai mené à 77K alors qu'un durcissement suivi d'un adoucissement est observé à 300K.

Dans le cas des essais menés à  $\Delta\epsilon_t=2.5\%$ , l'évolution de la contrainte pour l'acier 316L est radicalement différente suivant la température d'essai. Elle consiste en un durcissement important suivi d'une quasi stabilisation pour l'essai mené à 300K alors qu'à 77K nous observons un durcissement continu très important. Le niveau de contrainte est alors très élevé : de l'ordre de 600 MPa en début de cyclage soit environ deux fois la valeur obtenue à 300K, de l'ordre de 1200 MPa en fin de cyclage, soit environ trois fois la valeur obtenue à 300K. L'évolution de la contrainte au cours du cyclage est globalement conservée pour l'acier 316LN quand

on passe de 300K à 77K. Nous observons un durcissement important suivi d'un adoucissement intense. On peut aussi remarquer que le nombre de cycles nécessaire à atteindre le maximum de l'amplitude de contrainte diminue lorsque la température d'essai baisse: pour l'essai mené à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ , l'abscisse du maximum passe d'une quarantaine de cycles à cinq cycles environ lorsque la température passe de 300K à 77K. Les valeurs des contraintes sont multipliées par un facteur deux environ par abaissement de la température.

Compte tenu du fait que la contrainte évolue considérablement à haut niveau de déformation, nous avons représenté l'évolution de la composante plastique de la boucle d'hystérésis en fonction du nombre de cycles (figure 2-13). Etant donné que ces essais sont réalisés sous amplitude de déformation totale contrôlée, les allures de ces courbes sont complémentaires de celles représentant l'évolution de la contrainte en cours de cyclage. Elles permettent d'évaluer relativement simplement la déformation plastique cumulée. Seul l'acier 316L cyclé à 77K présente un comportement nettement différent pour lequel l'amplitude de déformation plastique en fin de cyclage est diminuée d'un facteur 2 par rapport à celle mesurée en début de cyclage. Comme pour les sollicitations monotones, ceci suggère des transformations de phases.

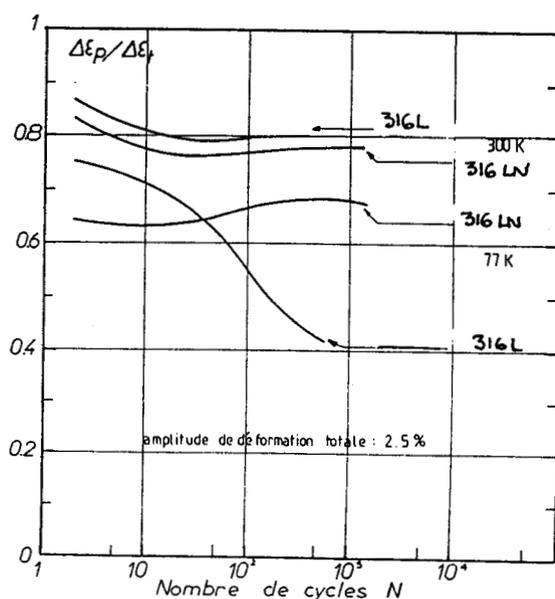


Figure 2-13 : Evolution de la déformation plastique au cours du cyclage à 77K et 300K des aciers 316L et 316LN

## Résistance à la fatigue oligocyclique

Les durées de vie obtenues à haut niveau de déformation  $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$  sont environ trois fois plus élevées pour l'acier 316LN que pour l'acier 316L aux deux températures d'essais (figure 2-14). Quant aux essais menés à 77K à bas niveau de déformation, les durées de vie sont supérieures à 45 000-50 000 cycles, nombre pour lequel nous avons décidé d'arrêter l'essai. A 300K, les durées de vie obtenues pour l'acier 316L sont inférieures à 45 000 cycles ( $N_R = 43\ 600$  et  $35\ 000$ ) et supérieures pour la nuance 316LN.

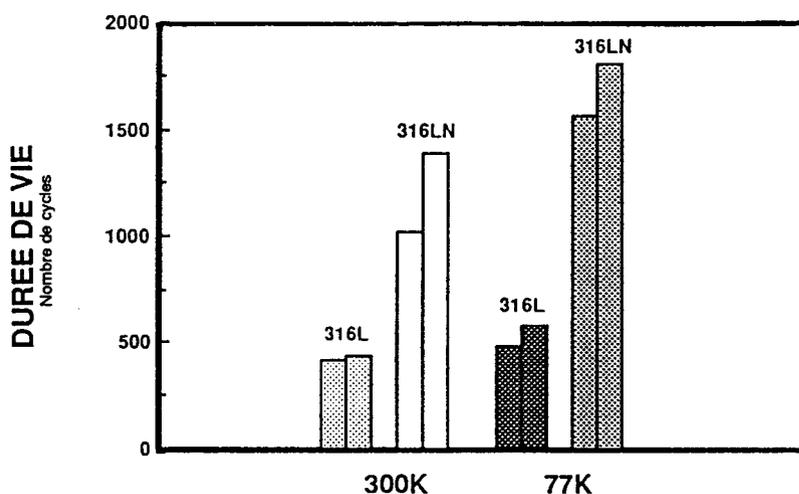


Figure 2-14 : comparaison entre les durées de vie des aciers 316L et 316LN obtenues à 300K et à 77K ( $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$ ). L'existence de deux prismes correspond à la répétition des essais

L'effet de l'azote s'exprime ici directement en termes de gain en durée de vie (essai à haut niveau de déformation). En effet, à 300K la durée de vie est environ deux fois et demi supérieure pour la nuance riche en azote. Si l'on adopte comme critère d'endommagement la déformation plastique, cette comparaison est objective étant donné que les déformations plastiques cumulées sont du même ordre de grandeur. En revanche, la déformation plastique cumulée au cours de l'essai à 77K est plus faible pour l'acier 316L que pour l'acier 316LN, ce qui veut dire que la durée de vie est en fait surestimée pour le 316L.

## II-3: ANALYSE STRUCTURALE

### Etude de la stabilité de l'austénite

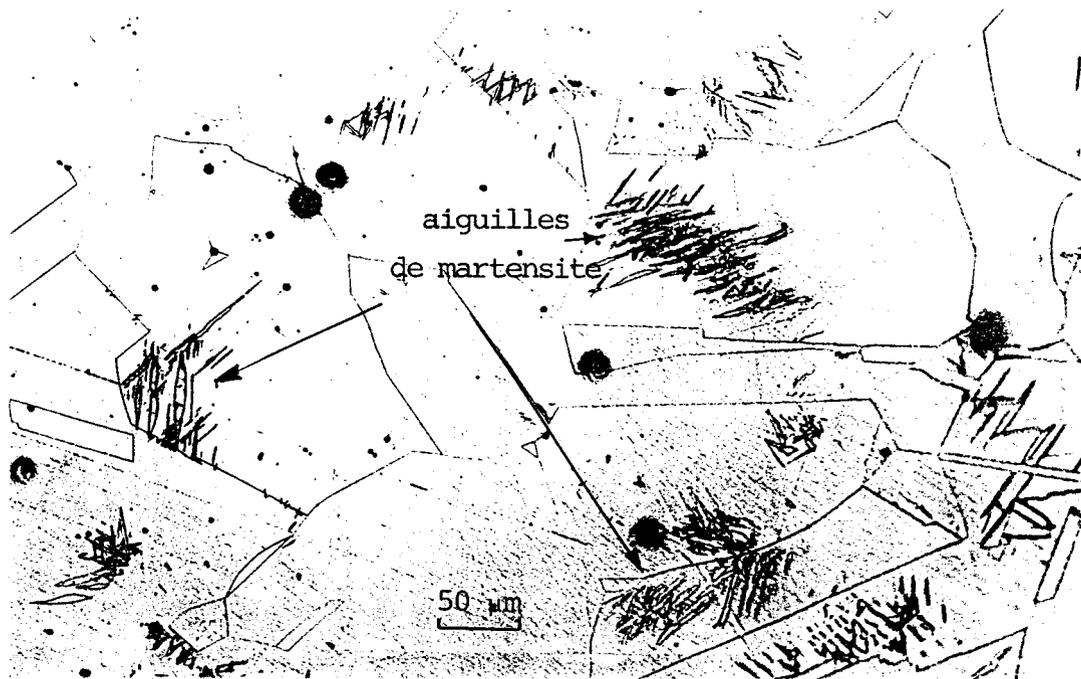
Les échantillons ont été testés au ferritescope (de marque FISCHER) afin de déceler la présence de martensite. Le principe de cet appareil repose sur celui de la balance magnétique et de ce fait permet de détecter la martensite  $\alpha'$ . La limite maximum de détection étant de 30%, nous avons complété ces résultats par des mesures de diffraction X quand cela était nécessaire. Alors que le seuil de détection du ferritescope est de 0.1%, celui de la diffractométrie X est de 4% environ. Le tableau 2.3 regroupe les différentes valeurs de quantité de martensite  $\alpha'$  formée par fatigue.

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	Acier 316L		Acier 316LN	
	T = 300K	T = 77K	T = 300K	T = 77K
0	0	0	0	0
0.6	0	3 à 4%	0	0
2.5	0.05	20 à 30%	0	1 à 2%
	(rupture)	>30% sur la rupture		6% sur la rupture

Tableau 2.3 : quantité de martensite  $\alpha'$  mesurée après rupture par fatigue dans les aciers 316L et 316LN

Une mesure quantitative à partir d'un spectre obtenu par diffractométrie X montre la présence d'environ 66% de martensite  $\alpha'$  pour la nuance 316L à partir d'un échantillon prélevé aussi proche que possible du faciès de rupture. Une telle proportion de martensite est alors observable au microscope optique comme le montre la figure 2.15 pour l'acier 316L.

En revanche, la martensite  $\alpha'$  est peu abondante dans l'acier 316LN même au voisinage de la surface de rupture des échantillons rompus à basse température sous forte amplitude de déformation.



réactif d'attaque :  $\text{HNO}_3 = 10 \text{ cm}^3$ ,  $\text{HF} = 40 \text{ cm}^3$ ,  $\text{H}_2\text{O} = 70 \text{ cm}^3$ , temps d'attaque : 4 à 5 mn

*Figure 2.15 : structure martensitique présente dans l'acier 316L par fatigue à 77K et à  $\Delta\epsilon_f=2.5\%$*

### Endommagement en surface

Les fûts des éprouvettes de fatigue oligocyclique, préalablement polis, ont été analysés au microscope électronique à balayage. Parmi les trois facteurs (amplitude de déformation, température d'essai, teneur en azote) susceptibles de modifier le relief de la surface des échantillons, la température est celui produisant l'effet le plus important. Deux types de relief sont observés. Le premier type de relief, rencontré par exemple pour les essais à 300K, est composé d'extrusions-intrusions à partir desquelles des fissures transgranulaires peuvent prendre naissance. Des microfissures intergranulaires sont occasionnellement visibles. Elles sont observées aux joints de grain qui sont quasi alignés avec des bandes de glissement ou aux joints entre deux grains contenant un réseau plutôt dense de bandes de glissement (figure 2.16). Ce dernier cas a été reporté par d'autres auteurs dans du cuivre [8, 9, 10]. MUGHRABI et al [9] note un effet de la taille de grain sur l'apparition de cette microfissuration intergranulaire. MENDEZ [10] vérifie les

hypothèses de MUGHRABI et al [9] et confirme l'importance du positionnement du vecteur de BURGERS par rapport à la surface.

Le second type de relief rencontré est observé après les essais à basse température. La topographie est alors constituée de fines lignes ou bandes de glissement comme le montre la figure 2.17. Cet aspect est nettement plus marqué dans l'acier 316LN que dans l'acier 316L. Ainsi, l'abaissement de la température a conduit à un relief en crêtes et vallées au lieu d'un relief en extrusions-intrusions. Il est raisonnable d'attribuer ce changement de topographie à une diminution de l'EDE, elle même diminuée par l'abaissement de température. Ces remarques vont dans le même sens que celles formulées par DADRAS et GREENFIELD [10] concernant l'étude du développement des intrusions-extrusions dans le cuivre et le laiton.

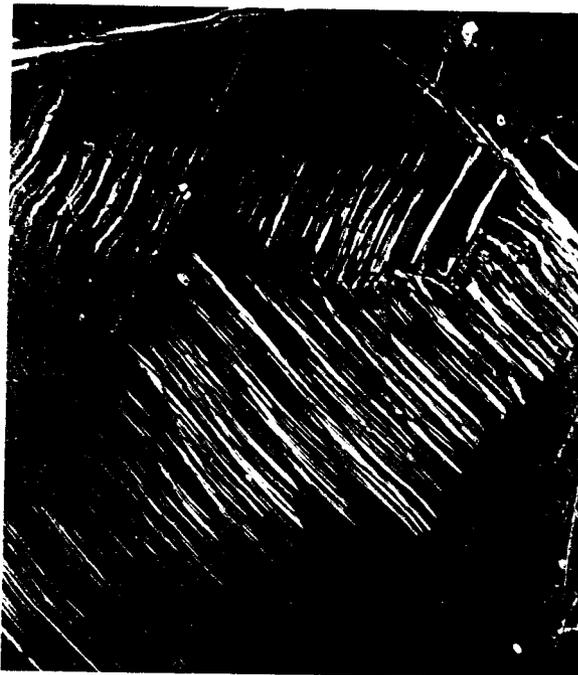


Figure 2.16 : intrusions-extrusions et fissure intergranulaire dans l'acier 316LN  
 $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 300K$ ;  $N_R = 1000$  cycles



Figure 2.17: fines bandes de glissement dans l'acier 316LN  
 $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 77K$ ,  $N_R = 1600$  cycles

## **Analyse des structures de dislocations**

Des disques ont été prélevés par tronçonnage dans le fût des éprouvettes perpendiculairement à leur axe et à 3 mm environ derrière la surface de rupture ou en milieu d'éprouvette suivant le cas. Des lames ont été également prélevées dans 4 têtes pour observer l'influence de la teneur en azote et/ou de la température en l'absence d'une déformation. Après amincissement mécanique, des pastilles ont été découpées par poinçonnage et amincies électrolytiquement avec un appareil TENUPO. Certaines observations ont été réalisées au CEN de Grenoble à l'aide d'un microscope électronique à transmission de type JEOL 2000FX avec canne porte-objet à double orientation ou au sein de notre laboratoire à l'aide d'un microscope électronique à transmission de type JEOL 200CX. En plus des échantillons cyclés jusqu'à rupture, des essais interrompus ont été menés dans le but d'évaluer l'arrangement des dislocations correspondant à des périodes marquantes de la vie du matériau. Dans cette optique et compte tenu de l'évolution de la contrainte cyclique des matériaux, le comportement sous forte amplitude de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ ) à 77K a retenu notre attention. Des essais interrompus après un certain nombre de cycles ont donc été réalisés. Ainsi, nous avons cyclé deux éprouvettes supplémentaires par nuance d'acier pendant 1/4, 5 puis 10 cycles pour l'acier 316L et 1/4, 5 puis 50 cycles pour l'acier 316LN.

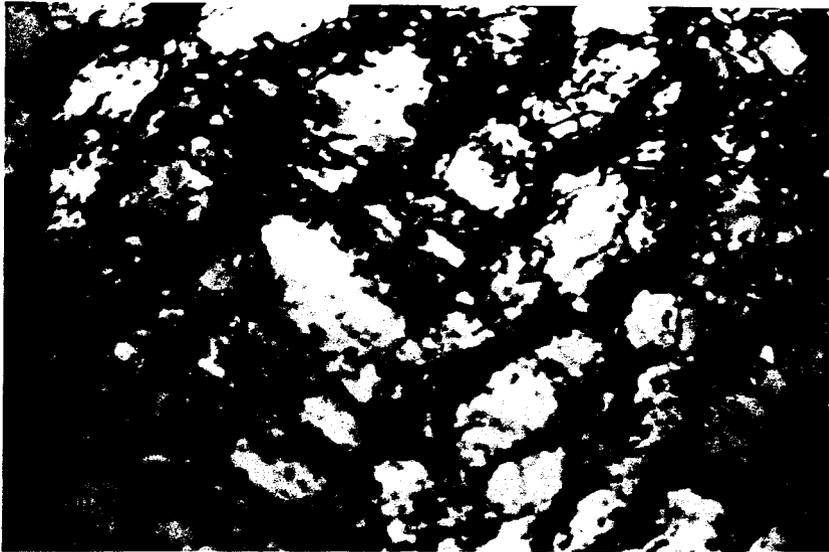
### **Acier 316L**

#### **Température d'essai : 300K**

*Nous ne nous attarderons pas trop longuement sur les configurations développées au cours des essais à 300K car le matériau considéré ici est assez voisin de celui qui a été examiné au précédent chapitre.*

A faible amplitude de déformation, l'arrangement des dislocations observé à la rupture (43600 cycles) est du type murs à parois mal définies (figure 2.18), ce qui

suggère un glissement des dislocations relativement facile avec possibilité de glissement dévié.



*Figure 2.18 : Murs à parois mal définies  
Acier 316L,  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ,  $T = 300K$ ,  $N_R = 43600$  cycles*

A forte amplitude de déformation, les cellules équiaxes sont représentatives de la microstructure étudiée à la rupture (400 cycles) et ne sont guère discernables de celles formées dans l'acier 316 (voir figure 1.13).

#### **Température d'essai : 77K**

L'arrangement des dislocations formé après 45000 cycles sous faible amplitude de déformation présente un caractère planaire assez marqué même si des écheveaux sont encore visibles (figure 2.19). Quelques rares fautes d'empilement étendues sont observées.

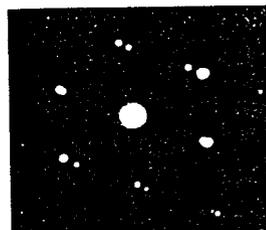
Les îlots martensitiques déjà signalés en microscopie optique apparaissent sous forme d'aiguilles de martensite  $\alpha'$  (cubique centrée) entre lesquelles l'austénite résiduelle est souvent hachurée par des fautes d'empilement. La figure 2.20 montre des aiguilles de martensite  $\alpha'$  d'orientations différentes dont l'une est en

relation de KURDJUMOV-SACHS (K-S) avec l'austénite soit :

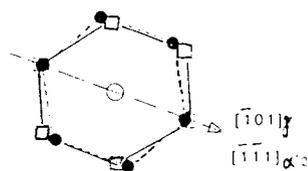
$$(111)_\gamma // (011)\alpha' \text{ avec } [101]_\gamma // [111]\alpha'$$



Figure 2.19 :arrangement planaire des dislocations  
Acier 316L,  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ,  $T = 77\text{K}$ ,  $N = 45\,000$  cycles



c) Diagramme de diffraction  
selon 5b



- $(111)_\gamma$
- $(011)\alpha'$

Figure 2.20: Image en champ clair d'îlots martensitiques (gauche) et diagramme de diffraction associé (droite) Acier 316L,  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ,  $T = 77\text{K}$ ,  $N = 45\,000$  cycles

Rappelons que l'étude à haut niveau de déformation comprend des essais interrompus. La figure 2.21 représente l'arrangement des dislocations après 1/4 de cycle, c'est-à-dire après une déformation totale monotone égale à 1.25%. L'observation suggère très clairement que le glissement des dislocations est très difficile comme le montre la présence de nombreuses jonctions ressemblant à des barrières de LOMER COTTRELL.



figure 2.21 : aspect difficile du glissement des dislocations dans l'acier 316L après 1/4 de cycle ( $\epsilon_t = 1.25\%$ ),  $T = 77K$  (▼: Barrière de LOMER COTTRELL)

Ceci explique le premier durcissement qui apparaît au cours des premiers cycles. La figure 2.22 montre que les dislocations forment des bandes après 5 cycles. Ces bandes de dislocations définissent des canaux de densité de dislocations plus faible. A partir de 10 cycles, on observe une intersection de ces bandes et la formation de martensite  $\alpha'$  de structure CC (figure 2.23). Il est alors aisé d'interpréter le durcissement secondaire qui apparaît à cet instant par l'obstacle au mouvement des dislocations mobiles dû à la formation de cette phase. La contrainte appliquée augmentant, la transformation induite mécaniquement de l'austénite en martensite  $\alpha'$  est alors favorisée.

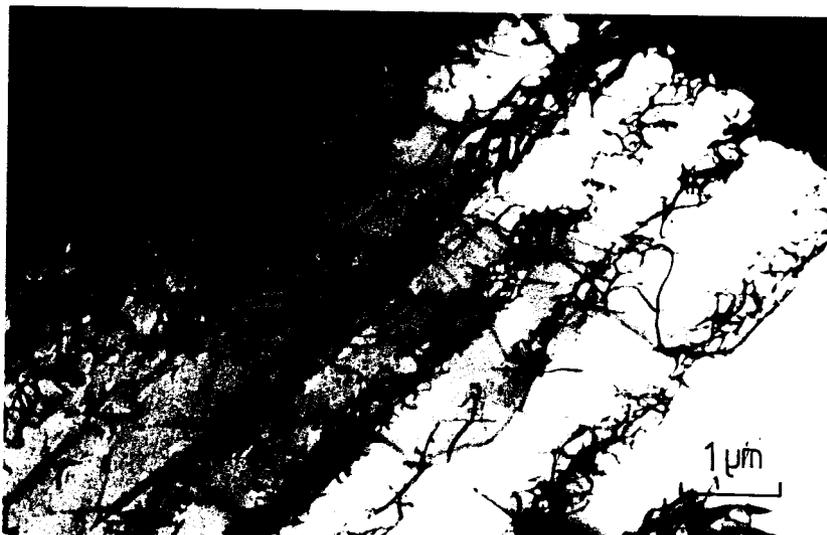


Figure 2.22 : arrangement en bandes de dislocations dans l'acier 316L après 5 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 77K$

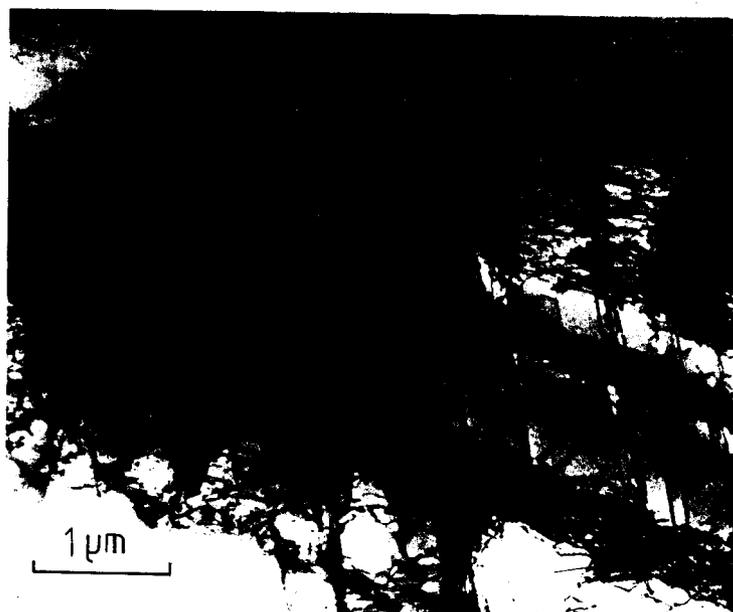


Figure 2.23 : formation de martensite  $\alpha'$  ( $\blacktriangledown$ ) dans l'acier 316L aux intersections de bandes après 10 cycles,  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 77K$

La microstructure finale qui consiste en des plaquettes et des aiguilles de martensite  $\alpha'$  se généralise à toute la masse. Celles-ci apparaissent souvent claires

mais contiennent un réseau dense de dislocations si les observations sont réalisées dans des conditions de contraste "Deux faisceaux - Un g".

On trouve comme précédemment les relations d'orientation K-S entre  $\alpha'$  et  $\gamma$ . Les zones austénitiques situées entre les aiguilles  $\alpha'$  comportent une grande densité de fautes d'empilement (figure 2.24).

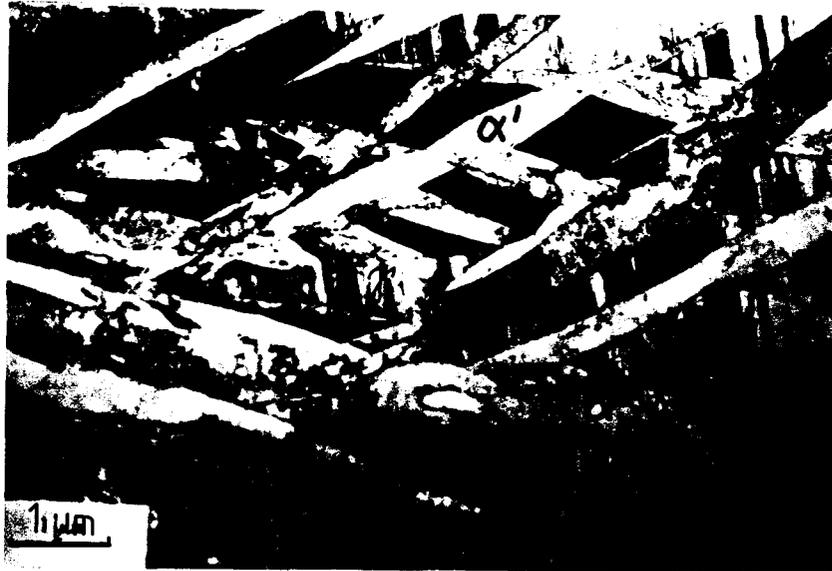


Figure 2.24: martensite  $\alpha'$  et austénite fautive après rupture ( $N_R = 500$  cycles) Acier 316L,  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 77\text{K}$

### ACIER 316LN

Température d'essai : 300K

Contrairement à l'acier 316L, le cyclage sous faible variation de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ,  $N = 45\,000$  cycles) impose aux dislocations de demeurer confinées dans leur plan de glissement de type  $\{111\}$  (figure 2.25). On note la présence de fautes d'empilement plus ou moins étendues.

A haut niveau de déformation, les dislocations sont arrangées en parois mal définies (figure 2.26) dont l'aspect ressemble un peu à celui des parois formées dans l'acier 316L à  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ . L'arrangement en cellules équiaxes présentant de fortes désorientations n'est pas la configuration type.



Figure 2.25: arrangement plan des dislocations  
Acier 316LN,  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ,  $T = 300K$ ,  $N = 45000$  cycles



Figure 2.26 : murs à parois mal définies et peu condensées  
Acier 316LN,  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 300K$ ,  $N_R = 1600$  cycles

Température d'essai : 77K

Le glissement des dislocations sous variation de déformation  $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$  présente un caractère plan plus marqué qu'à 300K. Les dislocations sont concentrées en empilements denses dans des plans de glissement  $\{111\}$ . Quelques rares plaquettes de martensite  $\varepsilon$  ont été observées.

Comme nous l'avons fait dans le cas du 316L, les microstructures formées à 77K sous forte amplitude de déformation seront examinées pour de faibles pourcentages de la durée de vie. Ainsi la figure 2.27 montre que l'arrangement des dislocations après 1/4 de cycle est plan et que l'on note la présence de nombreux crans sur les dislocations vis conduisant ainsi à la formation de dipôles. Des fautes d'empilement ainsi que des multipôles sont également observés.

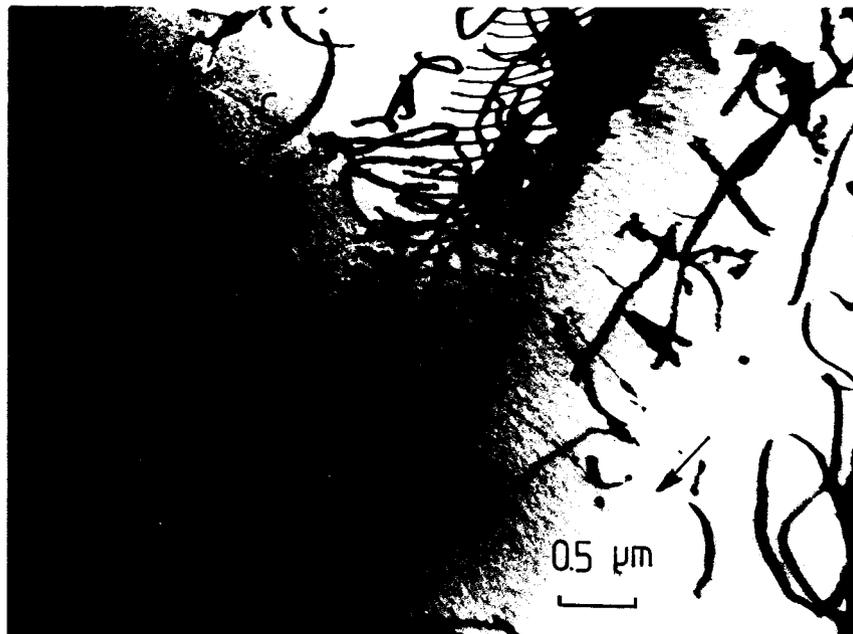


Figure 2.27 : arrangement plan des dislocations dans l'acier 316LN après 1/4 de cycle ( $\varepsilon_t = 1.25\%$ ),  $T = 77K$  présence de crans (C), dipôles (D) et empilement (E)

C'est au cours des cycles suivants que l'aspect de la déformation diffère nettement de ce qui a été décrit précédemment. Effectivement, après 4 cycles de déformation,

on note la présence de fautes d'empilement relativement nombreuses et encore plus nombreuses après 51 cycles comme le montre la figure 2.28. On note évidemment pour les grains d'orientation différente des bandes de glissement qui apparaissent fautées.

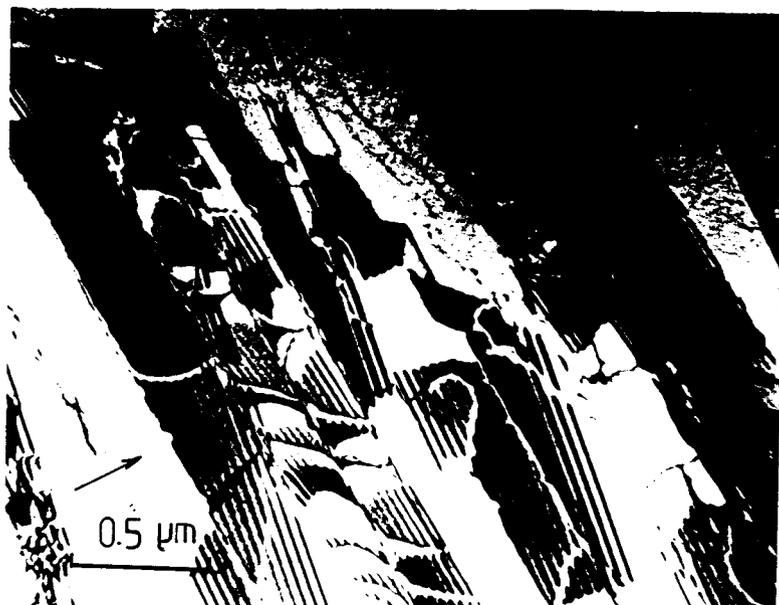


figure 2.28: Présence de fautes d'empilement après 51 cycles  
Acier 316LN,  $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$ ,  $T = 77K$

A la rupture, les dislocations sont restées strictement confinées dans les plans de glissement primaires  $\{111\}$  formant des bandes de glissement dans lesquelles apparaissent encore très fréquemment les franges de fautes d'empilement. On observe également la présence de martensite  $\epsilon$  en quantité importante dans les bandes fautées sous forme de minces plaquettes. Quand deux familles de plans de glissement ont pu être activées, on note la présence d'aiguilles de martensite  $\alpha'$  aux intersections de plaquettes  $\epsilon$  (figure 2.29).

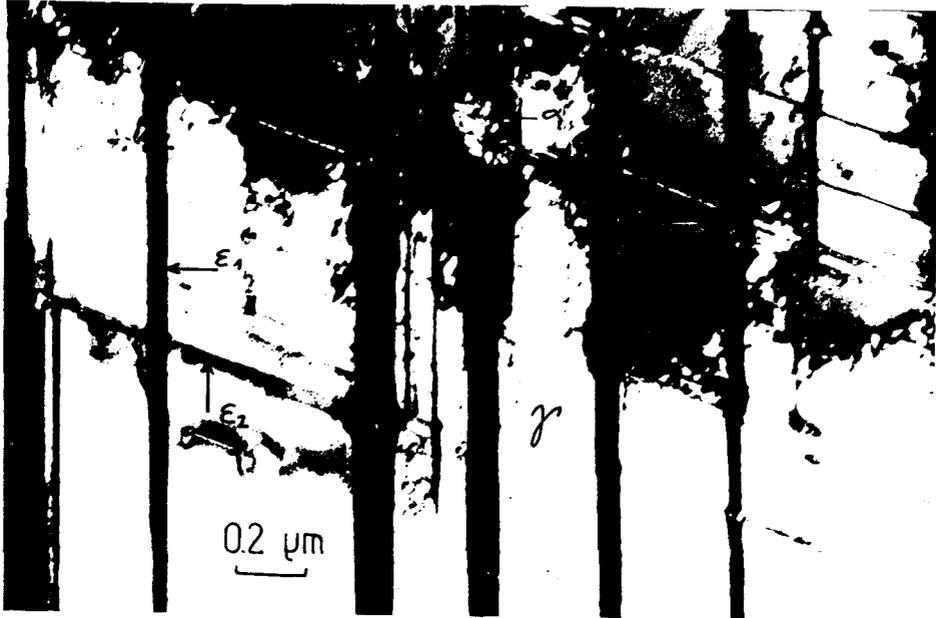


Figure 2.29 : Mise en évidence de la martensite  $\alpha'$  aux intersections de la martensite  $\epsilon$  après rupture Acier 316LN,  $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$  ;  $T = 77K$

Contrairement à l'acier 316L, deux variétés de martensite se forment dans l'acier 316LN : la martensite  $\epsilon$  (HC) et la martensite  $\alpha'$  (CC). La martensite  $\alpha'$  apparaît plus tardivement et moins abondamment dans la vie de l'acier 316LN et requiert la présence de martensite  $\epsilon$ .

Les relations d'orientation avec la phase  $\gamma$  sont alors, pour  $\alpha'$  celle de KURDJUMOV-SACHS (KS) et pour  $\epsilon$  celle de SHOJI-NICHIYAMA (SN) i.e. :

$$\{101\}_{\alpha'} // \{111\}_{\gamma} \quad \langle 111 \rangle_{\alpha'} // \langle 110 \rangle_{\gamma} \quad \text{KS}$$

$$\{0001\}_{\epsilon} // \{111\}_{\gamma} \quad \langle 1210 \rangle_{\epsilon} // \langle 110 \rangle_{\gamma} \quad \text{SN}$$

*Ce second chapitre a démontré l'effet marqué d'une diminution de température ainsi que de la composition chimique, plus précisément la teneur en azote interstitiel, sur les propriétés de fatigue oligocyclique et sur l'évolution des microstructures des aciers 316L.*

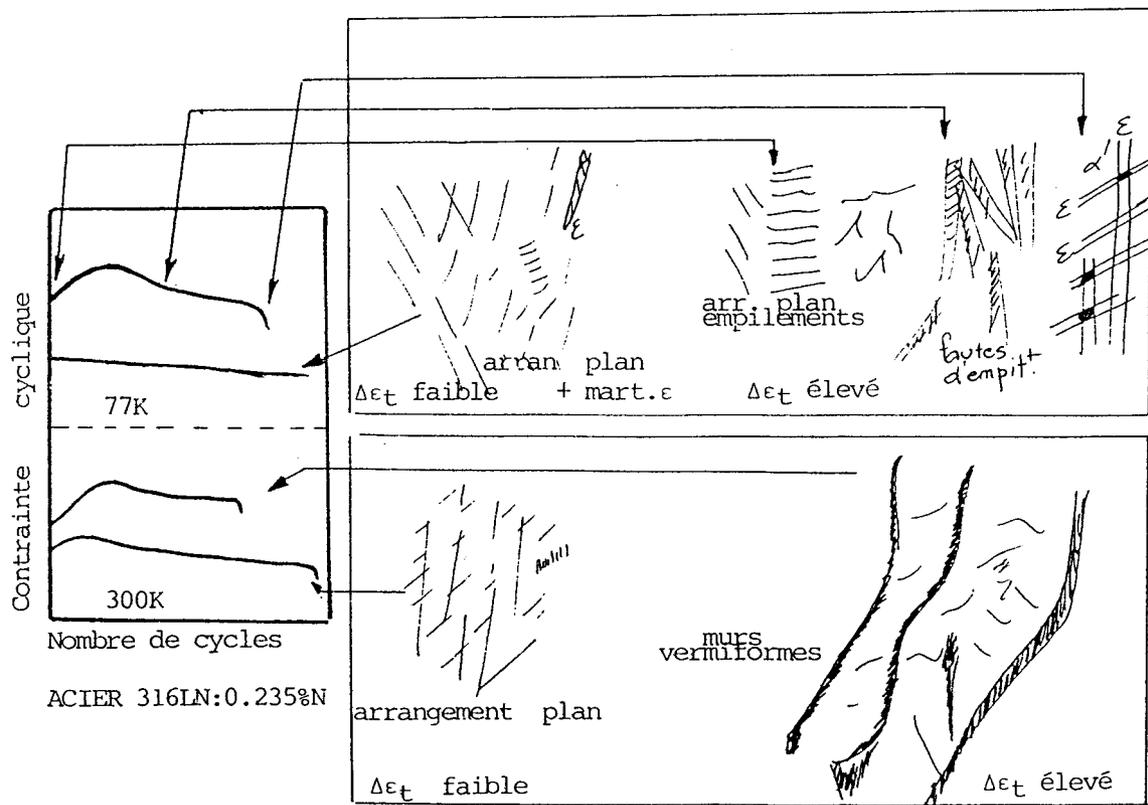
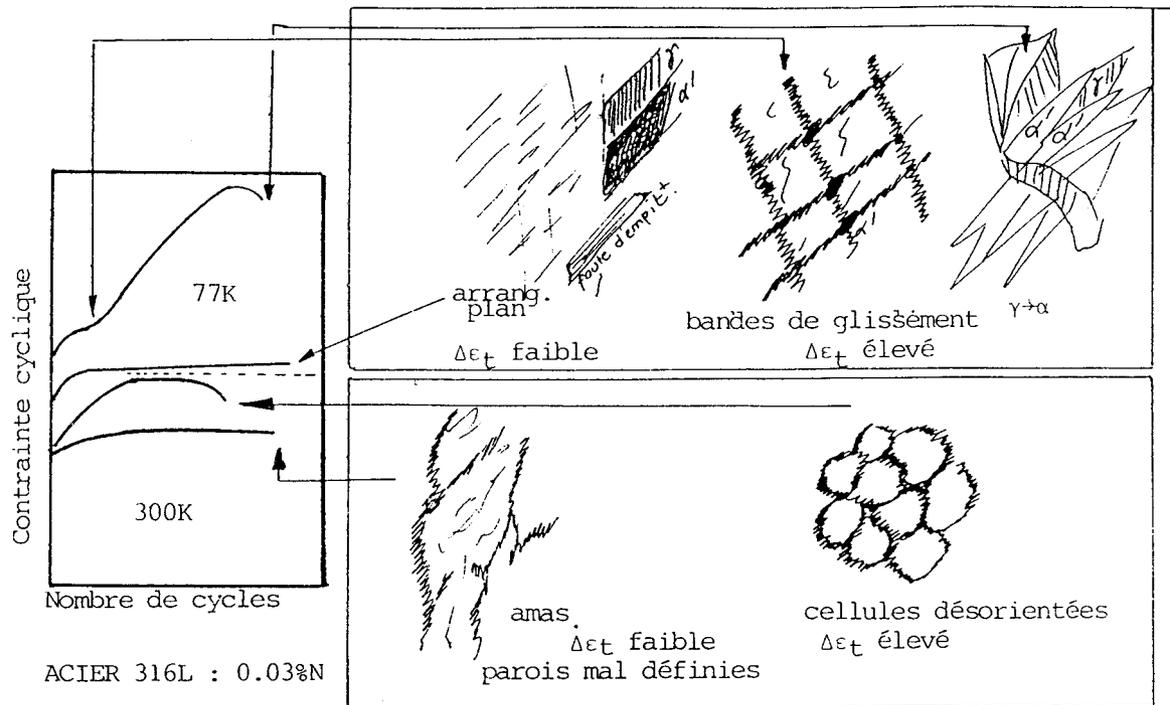
*Une première étude a mis en évidence des propriétés de plasticité, très intéressantes des aciers 316L à basse température, en l'occurrence des valeurs de ductilité à 77K supérieures ou égales à celles mesurées à 300K.*

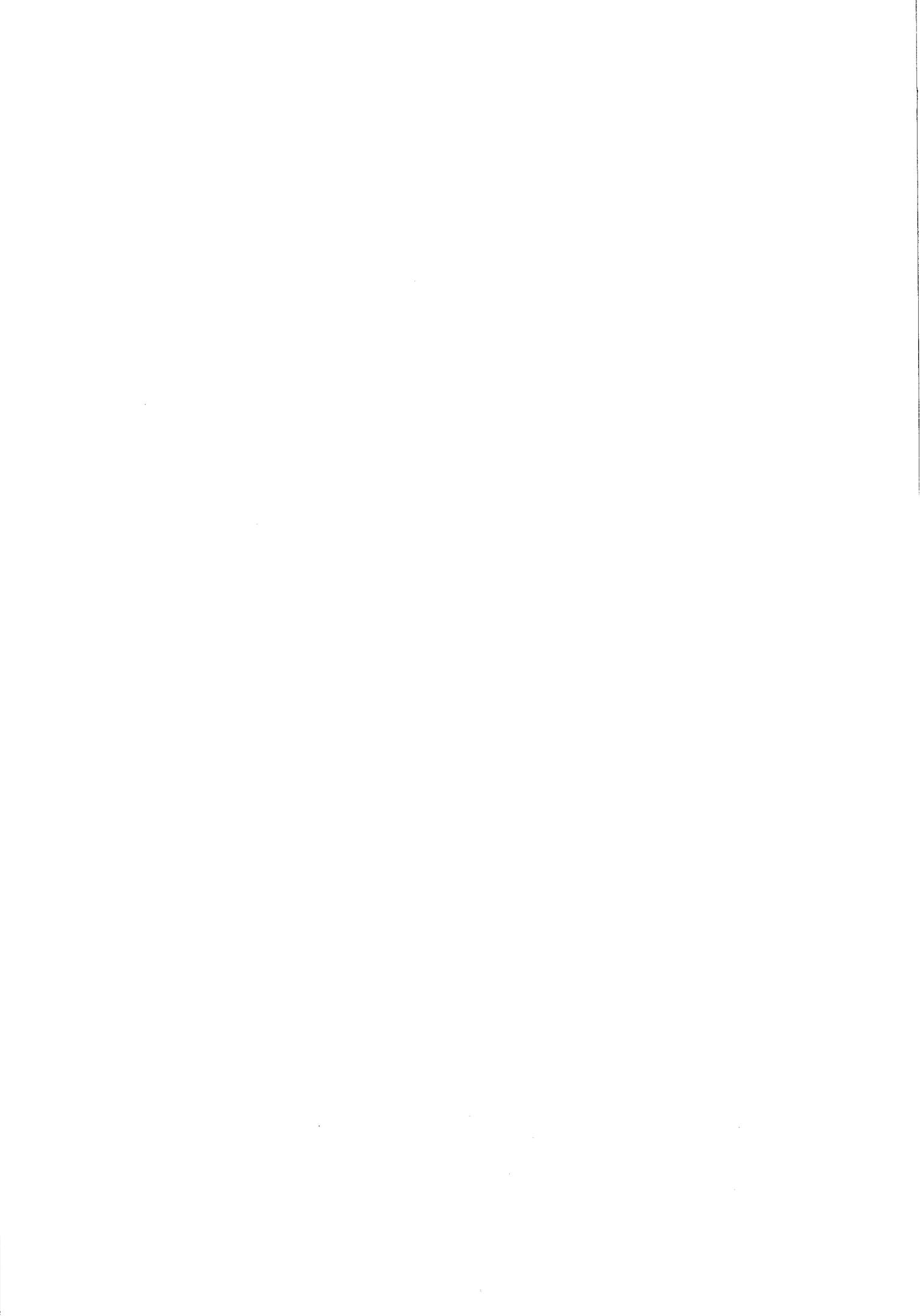
*Les résultats montrent clairement que l'azote améliore les propriétés mécaniques tant à 300K qu'à 77K. Il accroît la stabilité de l'austénite vis à vis d'une sollicitation mécanique à basse température. Il modifie le mode de glissement des dislocations au cours de la fatigue à 300K en instaurant du glissement plan au lieu du glissement dévié. De plus, il modifie les mécanismes de déformation cyclique à basse température .*

*Les variétés d'arrangement de dislocations ainsi les divers mécanismes de plasticité cyclique sont résumés sur les figures suivantes.*

*Les présents résultats suggèrent que le rôle de l'azote est complexe ce qui entraîne une discussion sur les facteurs gouvernant le mode de glissement des dislocations dans les aciers type 316 (Chapitre III).*

*Influence de la température et de la teneur en azote interstitiel sur les structures de dislocations formées par fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L*





## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 2

- 1 - S.L. MANNAN, K.G. SAMUEL and P. RODRIGUEZ  
*Stress-strain relation for 316 stainless steel at 300K*  
Scripta Metallurgica, Vol. 16, 1982, pp.255-257
  
- 2 - C. DONADILLE, L. ESSADIQI, M. PERNOT, R. PENELLE and 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*  
Compte rendu de la conférence ICSMA 5, édité par P. HAASEN, V. GEROLD and C. KOSTORZ, Pergamon Press, 1980, pp.1107-1112
  
- 3 - D.C. LUDWIGSON and J.A. BERGER  
*Plastic behaviour of metastable austenitic stainless steels*  
Journal of the Iron and Steel Institute, Janvier 1969, pp.63-69
  
- 4 - C.D. BEACHEM and G.R. YODER  
*Elastic-plastic fracture by homogeneous microvoid coalescence tearing along alternative shear planes*  
Metallurgical Transactions, Vol. 4, 1973, pp.1145-1153
  
- 5 - R.L. TOBLER and R.P. REED  
*Interstitial carbon and nitrogen effects on the cryogenic fatigue crack growth of AISI 304 stainless steels*  
Journal of Testing and Evaluation, Nov. 1984, pp.364-370
  
- 6- A.J. Mc EVILY, W. ZAGRANY, J. GONZALEZ and S. MATSUOKA  
*Fatigue crack growth in type 304 stainless steel*  
Basic mechanisms in fatigue of metals édité par P. LUKAS et J. POLAK, Czechoslovak Academy of sciences, 1988, pp.271-279
  
- 7 - J.I. DICKSON, LI SHIQIONG and J.-P. BAILON  
*An explanation of the fractography of near-threshold fatigue in FCC metals*  
Compte rendu de la conférence "FATIGUE 87" édité par R.O. RITCHIE and E.A STRARKE, EMAS 1987, pp.759-768
  
- 8 - J.C. FIGUEROA and C. LAIRD  
*Crack initiation mechanisms in copper polycrystals under constant strain amplitudes and in step tests*  
Materials Science and engineering, Vol. 60, 1983, pp.45-58
  
- 9 - H. MUGHRABI, R. WANG, K. DIFFERT and U. ESSMANN  
*Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high cycle fatigue*  
Compte rendu de la conférence "Fatigue mechanisms : advances in quantitative measurement of physical damage" édité par J. LANKFORD, D.L. DAVIDSON, W.L. MORRIS and R.P. WEI, ASTM STP 811, 1983, pp.5-45

10 - J. MENDEZ

*Etude comparative des mécanismes d'amorçage des microfissures de fatigue sous air et sous vide dans le cuivre polycristallin - influence d'une implantation ionique*

Thèse de doctorat ès sciences physiques, Université de Poitiers, 1984

11 - P.DADRAS and I. G. GREENFIELD

*Effect of stacking fault energy on the development of extrusions and intrusions*

*Metallography*, Vol. 11, 1978, pp.223-229

12 - V. SEETHARAMAN and R. KRISHNAN

*Influence of the martensitic transformation on the deformation behaviour of an AISI 316 stainless steel at low temperature*

*Journal of Materials Science*, Vol.16, 1981, pp. 523-530

13 - A.H. SOUSSAN

*Influence conjointe de l'azote et de la taille de grain sur la plasticité monotone des aciers inoxydables austénitiques Z2 CND17-12*

Thèse de docteur ingénieur, Université de Lille, 1989

14 - W.J. MILLS and L.A. JAMES

*Fatigue crack propagation behaviour of type 316 stainless steel at elevated temperature in a vacuum*

*International Journal of Fatigue*, Vol. 10, n°1, 1988, pp. 33-36



## **CHAPITRE 3**

### **FACTEURS GOUVERNANT LE MODE DE GLISSEMENT DES DISLOCATIONS DANS LES ACIERS 316**



## CHAPITRE 3 : FACTEURS GOUVERNANT LE MODE DE GLISSEMENT DES DISLOCATIONS DANS LES ACIERS 316

### 3 - 1 : LES POINTS A ECLAIRCIR

Rappelons tout d'abord les origines de cette thèse.

Le point de départ relève d'une propriété de fatigue intéressante des matériaux à glissement plan. En effet, une meilleure résistance à la fatigue oligocyclique est observée dans ces matériaux par rapport aux matériaux à glissement ondulé en particulier quand ils sont sous forme monocristalline. Par exemple, les alliages binaires Cu-Zn, Cu-Al ont des durées de vie supérieures à celles du cuivre pour une valeur de déformation plastique identique. Ceci est encore vrai pour les solutions fortement alliées comme les aciers inoxydables austénitiques polycristallins type 316L où l'addition d'azote améliore la résistance à la fatigue oligocyclique. Suivant ces constatations, il semble suffisant d'instaurer du glissement plan à la place du glissement dévié pour améliorer la résistance à la fatigue oligocyclique.

Une des questions soulevées consistait à se demander si l'on pouvait utiliser purement et simplement les concepts de plasticité cyclique développés sur les métaux comme le cuivre et ses alliages pour expliquer la plasticité cyclique des solutions fortement alliées. La simple remarque suivante nous indique que cela ne sera pas le cas : l'avantageuse résistance à la fatigue lorsqu'un glissement plan est observé est bien vérifiée dans le cuivre et ses alliages monocristallins mais plus quand le métal est polycristallin. Les alliages 316L polycristallins ont une meilleure résistance à la fatigue lorsque le glissement est plan. Un second point concerne la nature de l'élément d'alliage. Le zinc de même que l'aluminium dans le cuivre occupent des sites substitutionnels. L'azote dans la matrice austénitique se place dans les sites interstitiels. Cette différence nous oblige à imaginer des effets différents pour ces éléments d'alliage.

U  
6/2002

La cause qui favorisera tantôt le glissement plan tantôt le glissement dévié tient à la facilité de dissocier les dislocations. Plus exactement, les dislocations se trouvent parfois à l'état dissocié et le glissement dévié requiert une recombinaison de ces dislocations dissociées en une dislocation parfaite. Ceci ne peut se faire que si l'EDE est grande. Il est donc usuel d'associer le glissement plan aux matériaux de faible EDE et le glissement dévié aux matériaux de forte EDE. Si la cause du glissement plan est unique, on peut affirmer que lorsqu'on observe du glissement plan, c'est que l'EDE est faible. Corollairement, si l'on diminue l'EDE d'un matériau par changement de composition, de microstructure ou par variation de température, le glissement plan sera fatalement favorisé.

Nous nous proposons de vérifier si ces raisonnements tiennent pour les alliages Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-N et, le cas échéant, de déterminer les causes du glissement plan en fatigue dans ces alliages.

L'acier inoxydable austénitique type 316, matériau à EDE moyenne (environ 30 mJ/m<sup>2</sup>), s'est révélé un choix excellent puisque les configurations de dislocations se sont révélées plus ou moins planaires. L'analyse des structures de dislocations nous a montré que la plupart des arrangements classiques de dislocations obtenues quand le glissement dévié est manifeste se forme selon les conditions d'essai (variation de déformation, température). Néanmoins, à l'exception des hautes températures ( i.e.  $T/T_f \approx 0.5$  ) et des variations de déformation élevées ( $\Delta\epsilon_t < 1.5\%$ ), la structure de dislocations la plus souvent observée et par conséquent représentative des structures de dislocations formées par fatigue est le mur dipolaire et/ou le labyrinthe. A plus basse déformation, la structure en matrice est observée à la place des arrangements précédents mais on note toujours le caractère dipolaire et restauré des structures de dislocations. Le labyrinthe est une structure tridimensionnelle assez mal connue. Son analyse, détermination des vecteurs, orientation, permettrait de mettre en évidence le rôle du glissement dévié et du glissement secondaire et de l'associer à la valeur de l'EDE. Si la formation de cette

structure représentative du mode de glissement est sensible à l'EDE, alors en modifiant la valeur de l'EDE de cet alliage, on devrait effacer cette structure.

Nous nous proposons donc dans une première phase d'établir la constitution d'un mur de labyrinthe par une analyse approfondie des dislocations qui le composent de manière à déduire les mécanismes de formation de cet arrangement. Le modèle présenté au cours de cette discussion contribue d'une part à la connaissance d'une configuration typique résultant d'un glissement ondulé et permet d'autre part de quantifier la facilité du glissement des dislocations.

### **3 - 2 : LA STRUCTURE LABYRINTHE**

La structure labyrinthe dont une micrographie est donnée figure 1 - 12 consiste en un jeu de deux murs dipôlaire qui peuvent apparaître perpendiculairement entre eux suivant l'angle d'observation. Selon cette morphologie, il est facilement imaginable qu'une telle situation se situe, en termes d'amplitude de déformation, entre le "simple" mur dipôlaire et la structure cellulaire. Avant d'entamer cette discussion, revenons sur la cristallographie d'un mur dipôlaire.

#### **3-2-1 : Origine des murs dipôlaire**

La plupart des informations sur les murs dipôlaire provient de l'étude des PSB. Nous avons déjà décrit une PSB comme étant un constituant comprenant des murs condensés et des canaux. A moins d'un cas exceptionnel, à savoir le cas où le matériau est rempli à 100% de PSB, ces dernières apparaissent souvent noyées dans la matrice. Ceci suggère donc qu'une PSB résulte d'une transformation de la veine d'autant plus que le comportement mécanique laisse présager de telles évolutions. En effet, dans le cas de monocristaux de cuivre orientés pour le glissement simple (par exemple [1]), l'évolution de la contrainte au cours du cyclage consiste en un

durcissement suivi d'un léger adoucissement avant d'atteindre la stabilisation. Cette singularité traduit des instabilités dans l'arrangement des dislocations d'une manière similaire à celles observées par NEUMANN [2] lors de ses essais d'avalanches de déformation (strain bursts). Notons cependant que MECKE et al [3] soutiennent l'hypothèse qu'une PSB n'est pas nécessairement le produit de transformation d'une veine et que ces deux constituants (veines et PSB) peuvent coexister de manière indépendante. Ils citent [4] une transformation de veines en PSB uniquement au cours de certains types de sollicitation (essai à deux amplitudes de déformation croissantes) par la formation de "cordes" dans lesquelles un cisaillement intense se concentre.

La micrographie représentée figure 3.1 prise au MET sur un acier inoxydable austénitique type 316 montre que le mécanisme de transformation de veine en mur s'effectue de l'intérieur de la veine vers l'extérieur. Il est possible de voir que la transformation s'effectue très localement au sein de la veine. Cette micrographie montre de plus la possibilité d'obtenir des espacements entre murs plus grands que l'épaisseur du mur alors que l'espacement entre veines est du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la veine.

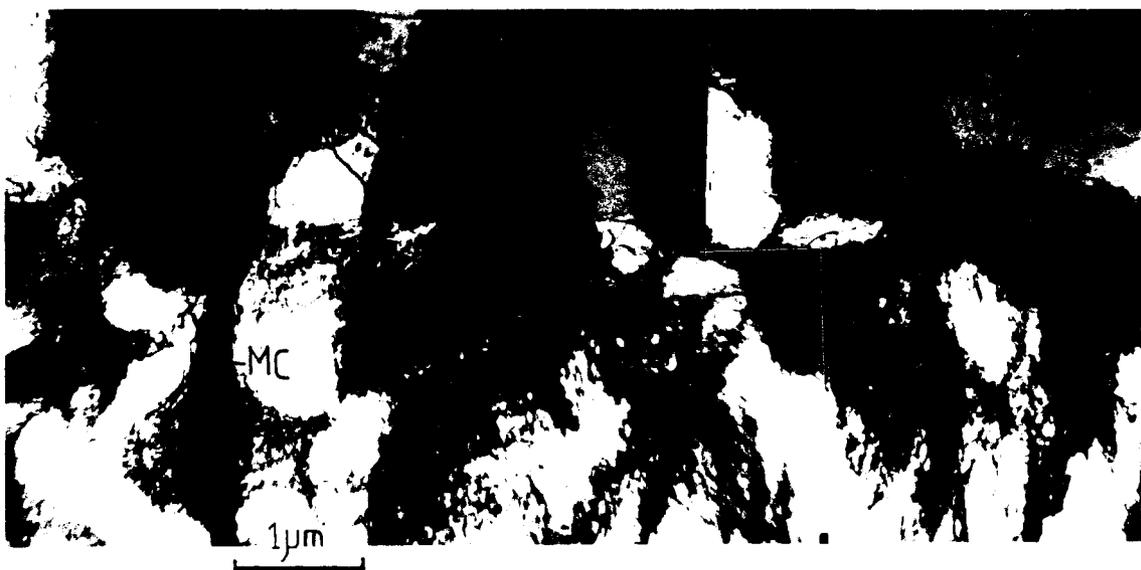


Figure 3.1 : transformation veine - mur condensé (MC : mur condensé, V : veine, C : canal)  
Acier 316  $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ;  $T = 300K$

Notons au passage que le premier mécanisme proposé par KUHLMANN-WILSDORF et LAIRD [5] basé sur un effondrement de la veine par apparition d'une brèche dans la "coque externe" de l'extérieur vers l'intérieur a rapidement été abandonné et que le mécanisme décrit à partir de la présente micrographie est au moins accepté dans les grandes lignes [6, 7] même s'il est encore insuffisamment précisé.

D'autres observations mettent en évidence l'existence d'un second mécanisme qui produit des murs dipôlaire sans que la structure en matrice n'ait existé, ni à fortiori subi de transformations (voir figure 1.16). Ceci est effectivement possible quand le glissement double opérationnel dès le début du cyclage est suffisamment actif pour que le glissement primaire ne prévale pas ce qui évite la structure en matrice, mais suffisamment modéré pour éviter une rapide évolution vers l'état cellulaire.

Soulignons enfin que la structure en murs dipôlaire en particulier celle contenue dans les PSB apparaît pour une gamme de température très large. A titre indicatif, elle est observée pour le cuivre de 4.2K à 300K (e.g. [8]) soit pour des rapports  $T/T_f = 0.003$  à  $0.23$  où  $T_f$  est la température de fusion. Les observations de MECKE et al montrent des PSB dans le monocristal de nickel cyclé à 78K ( $T/T_f = 0.044$ ) [13, 16] ainsi qu' à 300K ( $T/T_f = 0.17$ ) [11]. Dans le cas de l'aluminium, les PSB peuvent se former à 77K ( $T/T_f = 0.12$ ) [14] mais ne sont pas observées à partir de 223K ( $T/T_f = 0.24$ ) [15].

L'établissement de ces valeurs contribue à montrer le degré de difficulté de compréhension de la formation d'une structure de dislocations. En effet, le principal mécanisme pour le "fonctionnement" d'une PSB est le glissement dévié (dont l'activité est liée à l'EDE) sur lequel les modèles reposent. Si les PSB sont présentes à basse température, que doit-on penser de la valeur de l'EDE et/ou de la facilité à faire du glissement dévié dans ces matériaux quand les rapports  $T/T_f$  tendent vers le millième ?

### 3-2-2 : Cristallographie d'un mur dipolaire

L'aspect en échelle d'une PSB où les murs apparaissent comme des barreaux est celui rencontré quand le plan d'observation est  $(1, \bar{2}, 1)$ , le plan de glissement primaire étant  $(111)$  et le vecteur de BURGERS primaire  $b_p = a/2 [\bar{1}01]$ .

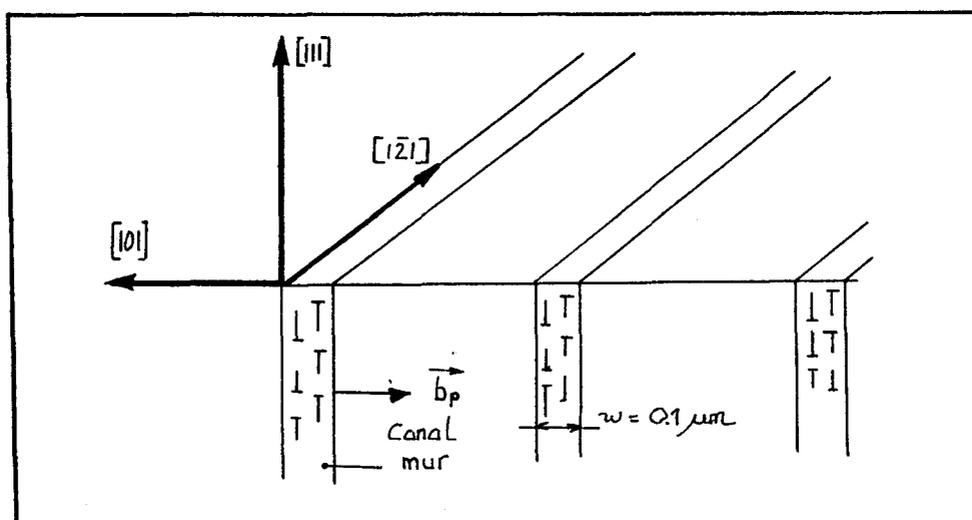


Figure 3.2 : Schéma d'une PSB

Le mur présente alors une épaisseur d'environ  $0.1 \mu\text{m}$  pour le cuivre [7]. L'orientation du mur ou plan de polygonisation repéré par sa normale est  $[101]$ . Il est donc perpendiculaire au vecteur de BURGERS primaire et l'enfilade de murs se fait suivant la direction  $[\bar{1}01]$ . Contrairement à l'épaisseur d'un mur, la distance entre murs est fortement influencée par la température. Dans le cuivre, cette distance varie de  $0.45 \mu\text{m}$  à  $4.2\text{K}$  à  $1.3 \mu\text{m}$  à  $295\text{K}$  [8].

### 3-2-3 : Remarques préliminaires sur les murs de labyrinthe

D'une manière similaire à la structure PSB, la structure labyrinthe est observée pour une large gamme de températures et de matériaux. Elle a été identifiée dans les métaux C.C (17), HCP (18) ainsi que dans les cristaux type LiF (19) ou AgCl (20). En ce qui concerne les métaux C.F.C qui ont retenu notre attention et

sur lesquels nous allons argumenter, la structure labyrinthe est observée dans le cuivre polycristallin après fatigue à 300K [9] ainsi qu'à 77K [21] mais n'a pas été à notre connaissance rapportée à 4.2K. Dans le cas des aciers type 316, les labyrinthes ont été observés de 300K jusqu'à 923K [22 - 25.]. Signalons que la structure labyrinthe n'est pas observée dans les aciers 316LN.

Mentionnons ici une remarque anecdotique. Alors que l'on pensait que la PSB était une structure typique du monocristal et que sa découverte dans le polycristal par WINTER [26] fut une surprise, cet auteur fut tout aussi étonné de trouver dans le monocristal la structure labyrinthe qui était souvent observée dans le polycristal. [27] En réalité, dans ce dernier cas, l'effet de surprise aurait du être moindre si l'on tient compte de la littérature. En effet, la structure labyrinthe est observable sur certaines micrographies prise dans du cuivre monocristalin publiées une dizaine d'années [28] auparavant ainsi que dans le nickel monocristallin [3] .

Une orientation approximative des murs de labyrinthe peut être obtenue en corrélant les épaisseurs de ces murs avec les directions de faisceau électronique K employées ou par analyse de traces de plan. Ainsi ont été proposées des orientations {100} dans le cas du cuivre polycristallin [9, 10] et dans le cas de monocristal de nickel [11]. En revanche, ACKERMANN et al [12] estiment les orientations des murs de labyrinthe proches de {210} dans le cas du cuivre monocristallin. Ces différences peuvent être engendrées par deux causes différentes. La première relève du matériau lui-même : nature, cristallinité. Le deuxième met en cause la méthode -l'analyse de traces- qui ne permet pas toujours de discerner sans ambiguïté les traces recherchées. Par exemple, les traces (210),  $(2\bar{1}0)$ , (120),  $(\bar{1}20)$  et (100) sont sur des plans {hk0} toutes parallèles à [001]. L'utilisation seule de cette technique est insuffisante.

Ainsi se pose le problème de la détermination exacte de l'orientation des murs de labyrinthe.

### 3-2-4 Identification des murs de labyrinthes

Compte tenu du caractère ambigu des méthodes évoquées ci-dessus, nous allons utiliser deux moyens différents d'accès à l'identification des murs.

La première méthode repose sur l'analyse des dislocations présentes dans les canaux. La plupart de ces dernières sont supposées vis ce qui est le cas comme nous l'avons déjà indiqué pour beaucoup de matériaux et en particulier pour l'acier 316L [24]. La détermination de leur vecteur de BURGERS  $b$  s'effectue à l'aide du critère d'invisibilité  $g \cdot b = 0$  où  $g$  est la normale du plan réflecteur ou vecteur de diffraction.

L'étude de la largeur des murs et canaux en fonction de l'inclinaison de la lame a également été entreprise comme deuxième méthode complémentaire. La projection de l'épaisseur d'un mur sera la plus faible quand la direction du faisceau électronique  $K$  sera parallèle au plan du mur de même que la largeur d'un canal sera la plus grande pour cette inclinaison.

La zone retenue pour ces analyses est représentée figure 3.3 et les conditions de diffraction sont schématisées figure 3.4. Ce schéma montre que les observations sont faites autour du pôle [010].

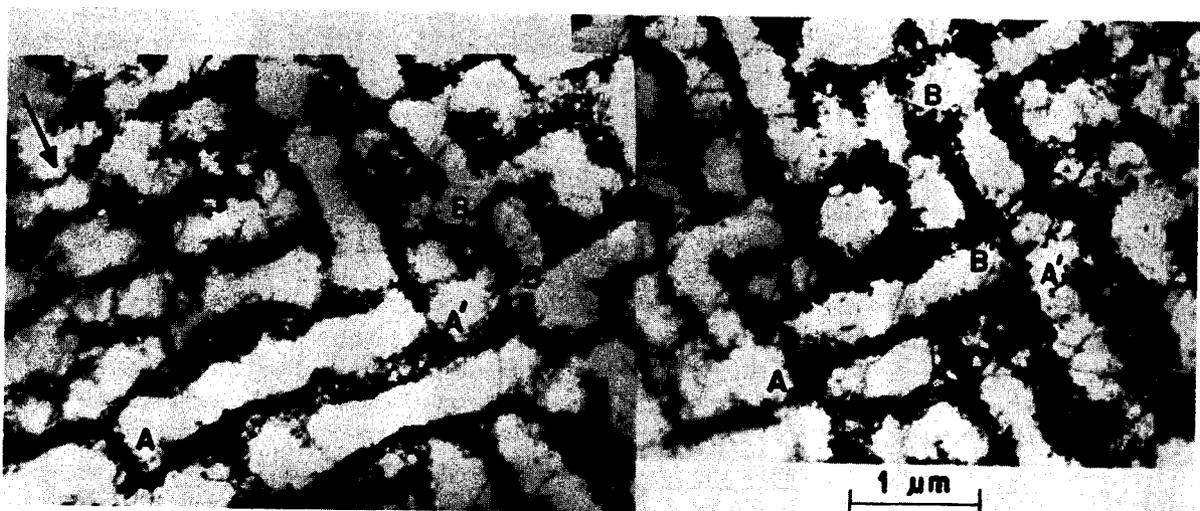


Figure 3.3: zone à labyrinthe étudiée (Acier 316L  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$   $T = 923K$ )  
 $K = [100], g = (00\bar{2})$

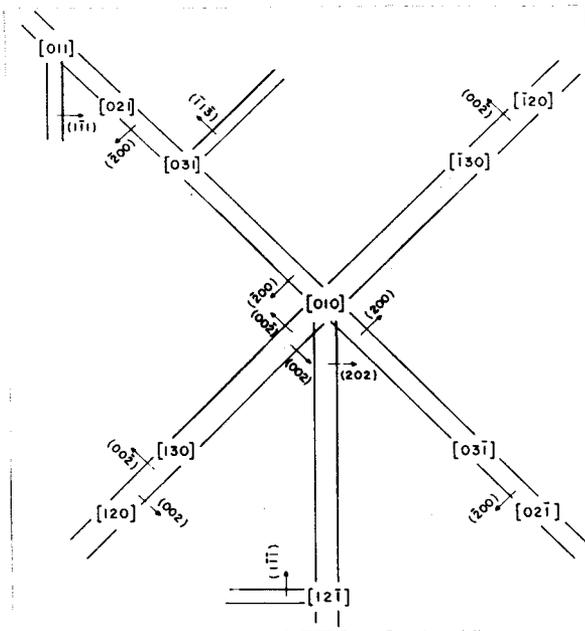


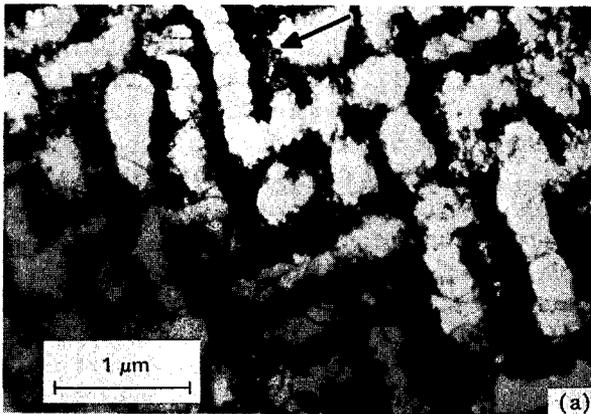
Figure 3.4 : Conditions de diffraction utilisées pour caractériser les dislocations et les murs de labyrinthe ( ) indique le vecteur de diffraction [ ] représente un pôle

La figure 3.5 regroupe les observations des murs repérés sur la figure 3.6 - AA' et BB'- pour différentes valeurs de K et g.

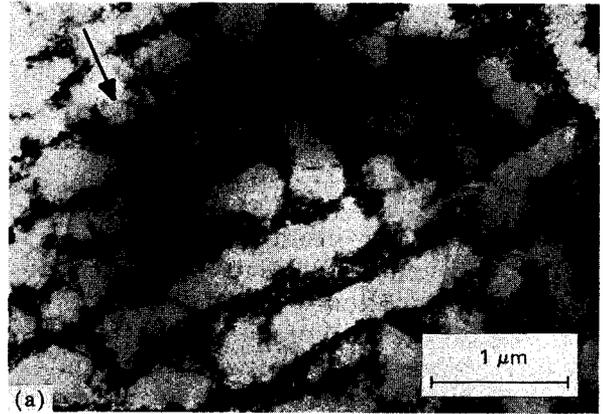
A partir des conditions d'extinction observées aux pôles [010], [031], [011] et  $[\bar{1}2\bar{1}]$  conformément aux vecteurs de diffraction g indiqués sur le schéma de la figure 3.3, il ressort que les vecteurs de BURGERS des dislocations présentes dans les canaux sont en grande majorité du type  $[\bar{1}01]$  et [101] avec toutefois des dislocations de vecteurs de BURGERS du type [011] mais en quantité beaucoup plus faible.

Les analyses complémentaires visant à relier les largeurs de canaux et les épaisseurs de murs en fonction du vecteur K sont les suivantes. L'épaisseur des murs AA' (figure 3.5) est plus faible pour la valeur de  $K = [010]$  que pour les autres et relativement plus importante et quasi identique pour  $K = [021]$  et pour  $K = [0\bar{2}1]$ . La largeur des canaux évolue de manière inverse à l'épaisseur des murs pour chacun des vecteurs de diffraction K annoncés respectivement. Notons au passage que ceci s'applique aux autres murs parallèles à AA'. Pour ces conditions d'observation, les murs BB' ont des épaisseurs inchangées de même que les canaux délimités par ces derniers. La figure 3.6 montre que quand les murs BB' sont vus suivant  $K = [010]$ , leur épaisseur est plus petite que pour les autres valeurs de K et que les canaux délimités entre ces types de murs sont les plus larges. Pour les autres vecteurs

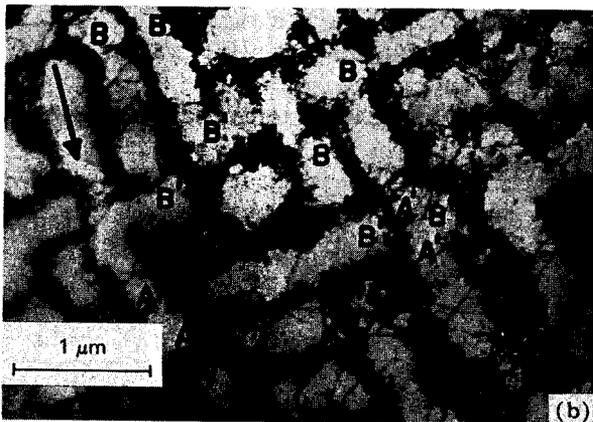
$K = [\bar{1}20]$  et  $K = [120]$ , la largeur des canaux est plus faible, de taille semblable et les murs sont plus épais.



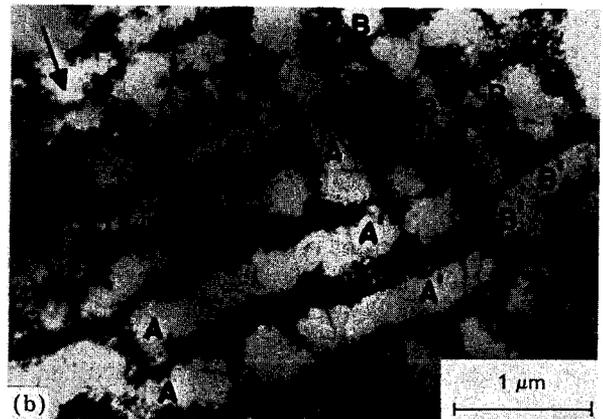
$K = [02\bar{1}], g = (\bar{2}00)$



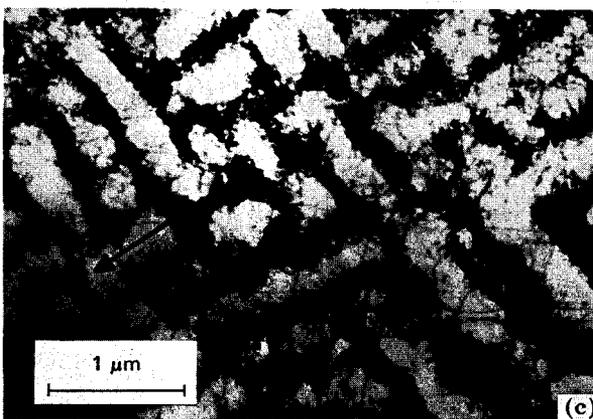
$K = [120], g = (002)$



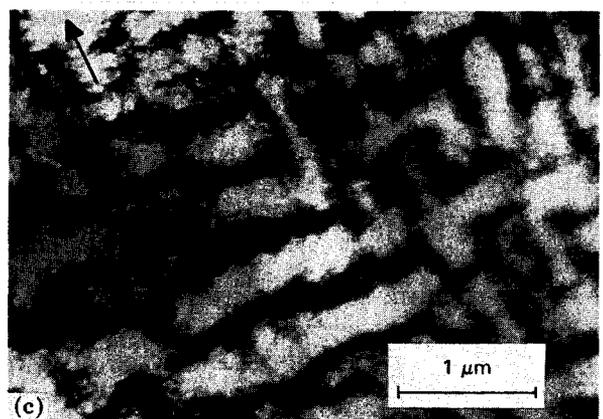
$K = [010], g = (002)$



$K = [010], g = (002)$



$K = [02\bar{1}], g = (\bar{2}00)$



$K = [010], g = (00\bar{2})$

Figure 3.5 : Observations des murs AA'

Figure 3.6 : Observations des murs BB'

En résumé, la structure en labyrinthe est composée de murs dipôlaire contenant essentiellement deux vecteurs de BURGERS et d'orientation intermédiaire entre {100} et {210}. L'une des familles a une orientation très proche de (001) mais tendant vers (0 $\bar{1}$ 2) et l'autre famille de murs a une orientation très proche de (100) mais tendant vers (2 $\bar{1}$ 0).

### 3-2-5 : Modélisation d'un mur de labyrinthe

*Le modèle de DICKSON explique bon nombre de structures polygonisées dans divers matériaux. Bien que ma contribution à l'établissement de ce modèle soit très réduite, il est utile de le présenter ici pour comprendre en quoi la présence d'azote interstitiel peut modifier la structure labyrinthe observée dans les aciers inoxydables austénitiques.*

La structure labyrinthe consiste en un jeu de deux murs perpendiculaires de dislocations coins d'orientation proche de {100} pour des vecteurs de dislocation vis dans les canaux [ $\bar{1}$ 01] et [101].

L'orientation d'un mur de labyrinthe étant du type {100}, il apparaît comme un plan médian entre deux plans de type {110}, plans de polygonisation des murs dans une PSB. On peut alors imaginer que ces murs de dislocations coins puissent également constituer des plans de polygonisation stable. Pour cela, il faut que les lignes de dislocation soient parallèles et qu'il y ait un nombre identique de dislocations de chaque vecteur de BURGERS pour obtenir une bonne stabilité du mur. Les dislocations coins forment des boucles dipôlaire formées de petits segments (entre les deux vecteurs de signe opposé) et de longs segments (entre les deux segments de même signe).

Dans les métaux CFC, les dislocations ont pour vecteur de BURGERS  $a/2 \langle 110 \rangle$ , pour plan de glissement des plans de type {111} et des lignes de dislocations coins orientées suivant  $\langle 211 \rangle$ . Or une direction  $\langle 211 \rangle$  n'appartient qu'à un seul plan

{111}. De vrais plans de double polygonisation, qui contiendraient la même direction  $\langle 211 \rangle$  ne seraient donc pas possibles pour les systèmes de glissement {111} $\langle 110 \rangle$ , ce qui n'est pas le cas.

Par souci de clareté, on parlera de plan de simple polygonisation pour les murs de PSB qui ne contiennent qu'un seul vecteur de BURGERS et de plan de Pseudo Double Polygonisation (PDP) pour les murs de labyrinthe qui contiennent deux vecteurs de BURGERS.

Pour les deux vecteurs de BURGERS  $a/2 [\bar{1}01]$  et  $a/2 [101]$ , les plans de glissement possibles sont les plans (111) et  $(\bar{1}\bar{1}1)$  pour le premier vecteur et  $(\bar{1}11)$  et  $(\bar{1}\bar{1}1)$  pour le second vecteur (figure 3.7).

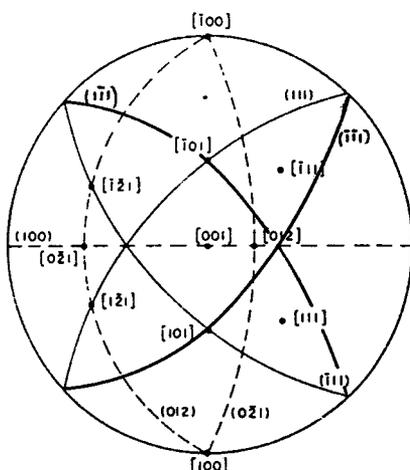


Figure 3.7 : Projection stéréographique centrée sur [001] montrant les systèmes de glissement possibles.

Supposons que la dislocation de vecteur de BURGERS  $a/2 [\bar{1}01]$  glisse dans le plan (111) et que la dislocation de vecteur de BURGERS  $a/2 [101]$  glisse dans le plan  $(\bar{1}11)$ . Les lignes de ces dislocations sont respectivement parallèles aux directions  $[1\bar{2}1]$  et  $[\bar{1}21]$  localisées symétriquement à  $24.1^\circ$  du plan (100) bissecteur des plans de simple polygonisation. Les directions portées par ces lignes de dislocation sont symétriques de la direction  $[0\bar{2}1]$  (figure 3.7).

Un arrangement de type PDP peut être construit si l'on admet que la direction  $[0\bar{2}1]$  agit comme une direction moyenne des lignes de dislocations coin. Dans le plan

(012) qui contient les deux lignes de dislocation sont empilées des boucles dipôlaire dans la direction [100] en colonne (figure 3.8). Chaque colonne contient un seul vecteur de BURGERS qui alterne de colonne en colonne le long de la direction [021]

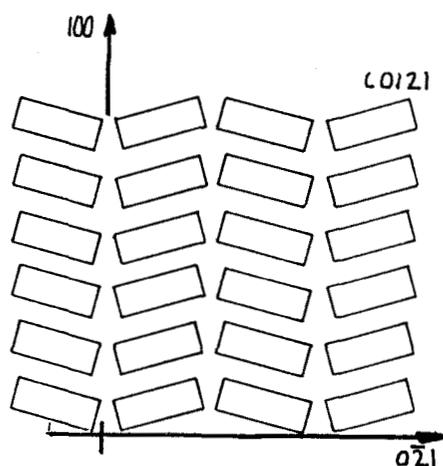


Figure 3.8 : Empilement des boucles dipôlaire dans le plan (012)

L'empilement suivant la direction [012] contiendrait les mêmes vecteurs de BURGERS que ceux obtenus pour la direction [100] puisqu'il contient les longs segments des boucles dipôlaire. Pour obtenir un mur, il suffit de restreindre l'empilement suivant l'une des trois directions. Le mur obtenu sera perpendiculaire et aura les mêmes indices que la direction de restriction, direction suivant laquelle l'empilement a été restreint. Ainsi donc sont géométriquement constructibles les murs (100), (012) et  $(0\bar{2}1)$  pour les deux vecteurs de BURGERS précités en empilant les boucles dipôlaire suivant les longs segments dans les deux premiers cas et suivant les segments courts dans le troisième cas.

Pour les trois autres combinaisons possibles de système de glissement, les mêmes murs aux indices près sont obtenus.

La tableau 3.1 résume pour les combinaisons de système de glissement possibles les murs constructibles.

VB1	PG1	VB2	PG2	MUR1	MUR2	MUR3
$[\bar{1}01]$	(111)	[101]	$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(0\bar{2}1)$	(100)	(012)
$[\bar{1}01]$	$(1\bar{1}1)$	[101]	$(\bar{1}\bar{1}1)$	(021)	(100)	$(0\bar{1}2)$
$[\bar{1}01]$	(111)	[101]	$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(\bar{1}20)$	(001)	(210)
$[\bar{1}01]$	$(1\bar{1}1)$	[101]	$(\bar{1}\bar{1}1)$	(120)	(001)	$(2\bar{1}0)$

Tableau 3.1 : Orientations possibles des murs de labyrinthe en fonction du système de glissement (VB : vecteur de BURGERS; PG : plan de glissement)

On peut alors se demander pourquoi des murs de type {100} sont observés dans le cas étudié ici alors que ACKERMANN et al [12] déduisent d'après leurs analyses des orientations des murs de type {210}.

Remarquons tout d'abord que l'identification de leur système de glissement et les murs proposés sont tout à fait cohérents avec le modèle proposé. Si la présentation du modèle décrit ici n'a pris en compte que des critères de stabilité mécanique "statique", des facteurs supplémentaires sont à prendre en compte comme l'angle entre le mur et la direction de balayage des boucles [30,31]. Un autre facteur favorisant tel ou tel type de mur qui doit être admis est le rapport entre le nombre de dislocations primaires et le nombre de dislocations secondaires. Pour un nombre de dislocations primaires équivalent au nombre de dislocations secondaires, les murs {100} se forment de façon préférentielle. Dans le cas contraire, un nombre de dislocations primaires nettement supérieur au nombre de dislocations secondaires favorisera la formation d'un mur {210}. Ceci est très clairement appuyé par les observations de JIN et WINTER [27], qui pour étudier la structure labyrinthe, utilisèrent des monocristaux de cuivre fatigués suivant l'axe [001] alors que ACKERMANN et al [12] sollicitaient le même monocristal suivant l'axe [012] et  $[\bar{1}35]$ . Ces dernières conditions favorisent essentiellement du glissement simple mais également et plus modérément du glissement double pour une valeur de contrainte d'environ 28MPa. Les monocristaux de cuivre de JIN et WINTER atteignent une contrainte de saturation d'environ 44 MPa conduisant à une activité du glissement secondaire très importante et parfois aussi intense que celle du glissement primaire.

Les orientations des murs pouvant être construits font appel à un couple de vecteur de BURGERS perpendiculaires entre eux. D'autres murs sont également prévisibles si l'on utilise un couple de vecteurs de BURGERS non perpendiculaires. Nous ne détaillerons pas cette partie qui n'est pas directement issue des présentes observations mais que l'on peut trouver dans l'article référencé [29]. Signalons cependant que des analyses complémentaires réalisées sur cet acier 316 mais cyclé cette fois à 300K et  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$  ont mis en évidence des murs dipôlares dont l'aspect ne ressemblait pas à la structure labyrinthe mais apparemment plus complexes. Ces murs sont constitués de portions d'orientation différente et délimitent des canaux contenant plusieurs vecteurs de BURGERS (similaire à la partie droite de la micrographie 3.10). Par analyse d'épaisseur, nous avons montré [32] que ces murs dipôlares pouvaient avoir des orientations {210}, {111}, {112} et {113} et utilisant ainsi des vecteurs de BURGERS non perpendiculaires. Ceci ne fait que renforcer la validité du modèle de DICKSON. Enfin, à titre d'information, il faut savoir que ce modèle rend compte également des structure dipôlares condensées qui peuvent se former dans les métaux CC et HC [33] mais également des structures dipôlares non condensées telles les veines [34,35].

*En résumé sur cette première partie de discussion, nous avons démontré qu'un mur de labyrinthe formé par fatigue dans l'acier 316 était constitué de deux vecteurs de BURGERS perpendiculaires et avait une orientation proche de {100}.*

*Cette détermination est à l'origine du modèle de DICKSON qui rend compte d'un bon nombre de structures polygonisées de type labyrinthe ou autre.*

*Contrairement à la structure PSB dont la description cristallographique est unique d'une part et qui traduit un mécanisme de plasticité unique d'autre part (le glissement dévié), la structure labyrinthe peut être obtenue à l'aide d'une combinaison multiple de système de glissement mettant en jeu, en plus du*

*glissement primaire, tantôt du glissement secondaire ou tantôt du glissement dévié dans des proportions variables.*

*L'analyse de cette structure met clairement en évidence un rôle important du glissement dévié dans l'alliage type 316 pour bâtir des structures dipôlaires plus ou moins complexes. En particulier, il apparaît que le glissement dévié des dislocations dans ce type d'alliage apparaît fréquemment et sur de longues distances.*

### 3-3 : CAUSES DU GLISSEMENT PLAN DANS LES ACIERS FE-CR-NI DE STRUCTURE CFC

Nous savons maintenant que la structure labyrinthe/mur dipolaire, souvent observée dans les aciers 316, est représentative d'une structure restaurée impliquant du glissement double et dévié à longue distance des dislocations. Si nous acceptons les concepts habituels de la littérature suivant lesquels le glissement dévié des dislocations est simplement relié à la valeur de l'EDE, nous devons alors relier la présence de cet arrangement à la valeur de l'EDE de l'acier. Si nous modifions cette valeur d'EDE en modifiant certaines variables, cette structure devrait être remplacée au profit d'un autre arrangement résultant d'un changement dans le mode de glissement des dislocations.

Les deux variables utilisées susceptibles de modifier l'EDE sont la teneur en azote interstitiel et la température car on sait que la composition chimique agit sans ambiguïté sur l'EDE de certains matériaux (exemple : le zinc dans le cuivre) et que le glissement dévié est un mécanisme activé thermiquement. Cependant, il est à noter que la dépendance de l'EDE avec la température n'est pas toujours clairement prouvée. Le choix de ces paramètres est original car on analysera l'effet d'un élément interstitiel, l'azote, (au lieu de substitutionnels) et l'on modifiera la température d'essai de référence (300K) en l'augmentant mais aussi en la diminuant.

L'objet des paragraphes suivants est de relier le changement de mode de glissement des dislocations observé par changement de température d'essai et d'addition d'azote interstitiel aux diverses causes possibles.

Nous chercherons à savoir si la valeur de l'EDE seule contrôle le mode de glissement dans les aciers Fe-Ni-Cr. Par ailleurs, le mécanisme d'action de l'azote interstitiel sur la plasticité cyclique des aciers 316L devrait être déterminé.

En réalité trois facteurs devraient être considérés pour rendre compte du glissement plan des dislocations. La littérature incrimine essentiellement la valeur de l'EDE comme critère pour produire soit du glissement plan, soit du glissement dévié des dislocations. En réalité, deux autres causes sont à prendre en considération. Comme le font remarquer MUGHRABI et WANG [36], la relation entre une faible valeur d'EDE et le glissement plan est vraie à condition d'avoir des forces de friction faibles et une absence d'ordre à courte distance.

Nous considèrerons chacun de ces facteurs dans l'analyse des paragraphes suivants.

### 3 - 3 - 1 : Effet de l'azote sur le caractère du glissement à 300K

Certains éléments chimiques ont un effet net sur la valeur de l'EDE des aciers Fe-Cr-Ni se traduisant par des résultats convergents de différents auteurs . C'est le cas du carbone qui augmente très fortement la valeur de l'EDE [37,38] ou du nickel dont l'action est très faible [37, 38, 39]. L'influence d'autres éléments comme le manganèse ou l'azote semble être plus délicate à établir. D'après l'analyse bibliographique de SCHRAMM et REED [37], l'azote diminue la valeur de l'EDE. Il faut toutefois signaler que cette conclusion provient de régressions faisant intervenir de nombreuses valeurs numériques établies par différents auteurs sur différents matériaux dont la composition chimique n'était pas toujours bien connue. Plus récemment, TAILLARD et FOCT [40] ont mesuré les valeurs d'EDE des aciers 316L et 316LN (identiques à ceux utilisés pour cette thèse) par la technique des nœuds et obtiennent des valeurs très peu éloignées si l'on tient compte des incertitudes de mesures.

*Le caractère plan du glissement dans l'acier 316LN par rapport à l'acier 316L ne peut donc pas être attribué à une valeur faible de l'EDE due à la quantité importante d'azote interstitiel.*

Nous avons entrepris une mesure de contraintes interne et effective pour chacun des 2 aciers basée sur la méthode de HANDFIELD-DICKSON [60]. Une description de la méthode ainsi que sa justification sont développées en annexe. La figure 3.9 représente l'évolution de la contrainte interne et de la contrainte effective en fonction du nombre de cycles  $N$  pour l'essai mené à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$  et à 300K pour les aciers 316L et 316LN.

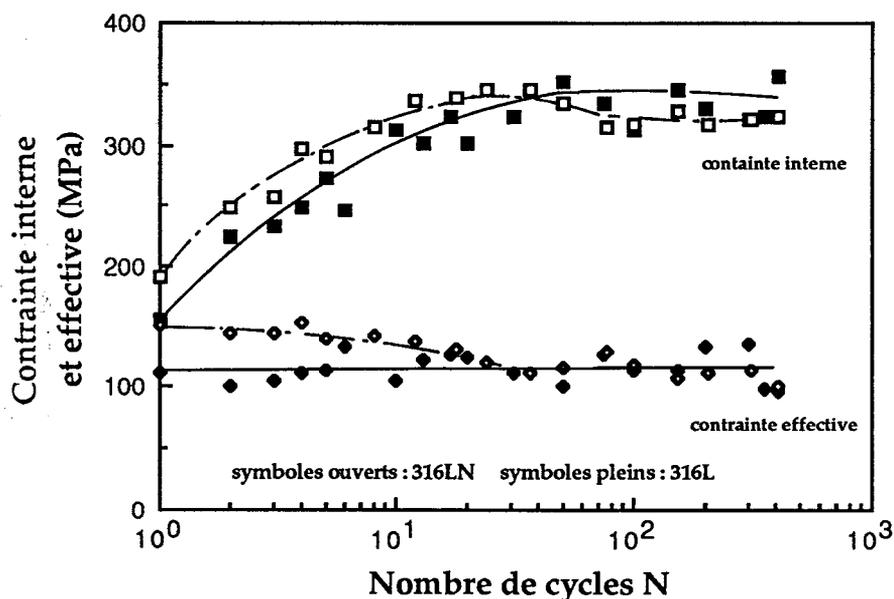


Figure 3.9: Evolution des contraintes internes et de friction en fonction du nombre de cycles  $N$  pour l'essai mené à 300K et à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$

L'examen de ces courbes montre une valeur et une évolution de la contrainte effective typique de l'acier considéré. En effet, la contrainte effective mesurée à 300K dans l'acier 316L est indépendante du nombre de cycles. Sa valeur moyenne est de 110 MPa. En ce qui concerne l'acier 316LN, la valeur de la contrainte effective est nettement plus élevée que celle de l'acier 316L (environ 35 à 40% plus élevée) durant les dix premiers cycles d'abord. On observe ensuite une diminution progressive de la valeur de la contrainte effective qui tend vers celle de l'acier 316L. Ces observations ne concordent pas avec celles de BOUTIN et al [57] relatives au laiton  $\alpha$  70/30 qui observent une augmentation de la contrainte effective en fonction du nombre de cycles (voir l'annexe). Pourtant le mode de glissement des

dislocations de leur alliage est également plan. Ceci démontre que le rôle des interstitiels est différent de celui des substitutionnels. Une redistribution des interstitiels d'azote induite par sollicitation mécanique cyclique est à envisager. L'évolution de la contrainte maximum est imposée par l'évolution de la contrainte interne. En particulier, les phases de durcissement cyclique observées dans les deux aciers sont attribuées aux évolutions de la contrainte interne en cours de cyclage et l'adoucissement présent dans l'acier 316LN résulte d'une diminution de la contrainte interne et de la contrainte effective. Cependant, bien qu'il apparaisse clairement que l'azote augmente la valeur de la contrainte effective, les rapports  $\sigma_{\text{eff}}/\sigma_a$  (contrainte effective/ contrainte maximum) calculés à  $N = 1$  et  $N = 10$  cycles sont voisins pour les deux aciers (respectivement 0.38 et 0.23). Une telle influence de l'azote sur la contrainte thermique est soulignée par BYRNES et al [42] qui expliquent le durcissement en déformation monotone d'acier type 27Cr-32Ni. Les rapports  $\sigma_{\text{th}}/\sigma$  (contrainte thermique/contrainte d'écoulement) calculés après leurs essais à 300K sont également voisin de 0.3 pour leurs aciers avec et sans azote.

*La présence d'azote interstitiel tend à augmenter les valeurs des contraintes effectives lors de sollicitations cycliques à 300K.*

Un argument puissant et en liaison avec cette dernière hypothèse est la mise en évidence par WAHLBERG [43, 44] de complexes Mo-N-Cr par microanalyse au microscope ionique à effet de champ. Ainsi, l'ordre à courte distance induit par la présence de nombreux interstitiels d'azote rend compte à la fois du caractère plan des dislocations et de l'effet durcissant. En effet, la destruction d'arrangements ordonnés locaux à l'azote par une dislocation ou un empilement de dislocations requiert un surplus d'énergie et par suite de contrainte mais rend le "passage" plus facile aux dislocations suivantes [46, 60].

Cette description de la cause probable du glissement plan excluant l'EDE comme paramètre fondamental est cohérente avec le critère de MUGHRABI et WANG [36]. Ils reconnaissent  $y_s$ , distance d'annihilation entre deux dislocations vis,

comme paramètre plus approprié que l'EDE pour caractériser le mode de glissement. Cette distance  $y_s$  dépend de la température, de la vitesse de déformation, de l'EDE et de la limite d'élasticité. Bien que cette distance n'ait pas été évaluée dans notre cas, il est fort probable que celle-ci soit très faible.

*Cette analyse de nos résultats confrontée à ceux de la littérature permet de conclure que le caractère plan du glissement dans l'acier 316LN est attribué à un effet d'ordre à courte distance, qui augmente la valeur des contraintes effectives. Le glissement dévié est ainsi moins fréquent à cause de la difficulté à recombinaison des dislocations partielles et aussi à cause d'une diminution probable de la distance d'annihilation.*

### **3-3-2 : Effet d'une diminution de température sur le caractère du glissement dans l'acier 316L**

L'expérience montre que la seconde manière de faciliter le glissement plan dans les aciers 316L est de diminuer la température d'essai. Une différence entre cet arrangement plan des dislocations et celui observé précédemment apparaît toutefois. En effet, l'examen de la figure 2.18 suggèrerait déjà un glissement difficile des dislocations avec présence de barrières de LOMER-COTTRELL, signe de forces de friction non négligeables. Par ailleurs, ces dislocations ont tendance à s'arranger très rapidement (dès cinq cycles de déformation) en parois, dont la constitution n'a rien à voir avec les murs dipôlares, délimitant ainsi des canaux. Les intersections de murs sont le siège de concentration de contraintes pouvant donner lieu à une transformation martensitique de type  $\alpha'$ .

Nous avons de la même manière qu'au paragraphe 3-3-1 décomposé la contrainte maximum en une somme de contrainte interne et de contrainte effective. La figure 3.10 donne l'évolution de chacune des composantes énoncées en fonction du nombre de cycles  $N$  pour l'essai mené à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$  à 300K et à 77K.

Dans le cas présent, il est assez facile de conclure que le glissement plan des dislocations est lié en grande partie à des contraintes effectives très élevées au moins durant les dix premiers cycles. A titre quantitatif, la valeur de la contrainte effective est doublée aux tous premiers cycles par abaissement de la température d'essai mais de nouveau le rapport  $\sigma_{\text{eff}}/\sigma_m$  calculé au premier cycle n'est pas affecté par la diminution de la température.

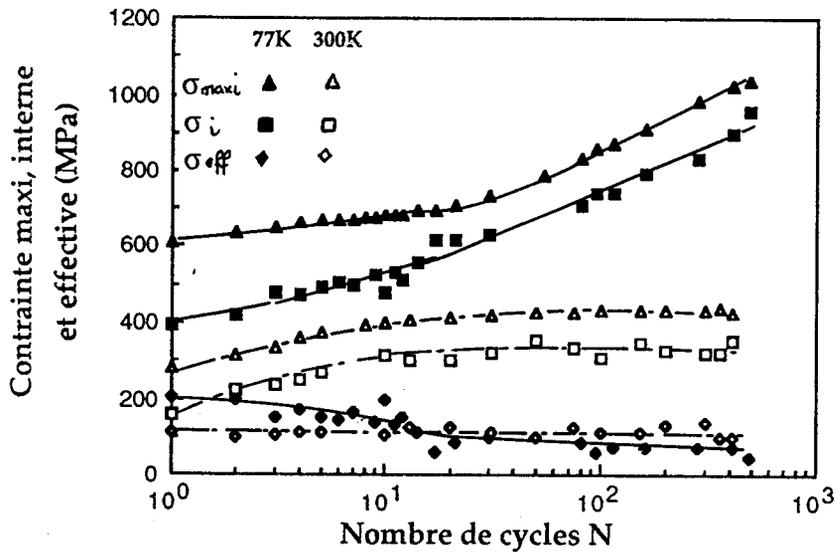


Figure 3-10: Evolution des contraintes internes et effectives dans l'acier 316L à 300K et à 77K

L'évolution de la contrainte interne détermine l'évolution de la contrainte maximum. Bien que la contrainte interne augmente avec le nombre de cycles, on note deux stades dans cette consolidation de part et d'autre de  $N = 10$  cycles. C'est à cette période de la vie que la martensite  $\alpha'$  apparaît aux intersections de bandes de glissement. L'interprétation des contraintes internes et effectives devient alors plus complexe car l'on passe d'un matériau monophasé à un matériau biphasé. La forme des boucles d'hystérésis évolue progressivement vers une forme en fuseau. De plus, n'oublions pas que notre technique de mesures de contraintes internes et effectives prend en considération le module d'YOUNG du matériau calculé au premier quart de cycle, matériau monophasé. On devrait en fait définir une contrainte interne pour chacune des phases ce qui n'est pas possible avec notre

technique. Ceci peut expliquer l'apparente diminution de la contrainte effective à partir de dix cycles. Une autre explication de la diminution de la valeur des contraintes effectives, si la mesure de cette dernière est faite sans ambiguïté, est d'utiliser la propriété que possède cette martensite  $\alpha'$ . SUZUKI et al [46] montrent que lorsque la martensite  $\alpha'$  se forme aux intersections de bandes de glissement, celle-ci agit comme "une fenêtre transparente qui laisse pénétrer les dislocations" (sic). Ceci tendrait à relaxer la contrainte par déplacement de dislocations à courte distance, c'est-à-dire à diminuer la contrainte effective. En revanche, l'augmentation de la contrainte interne avec le nombre de cycles ainsi que l'existence de deux intervalles de consolidation peuvent facilement être interprétées par les propos de MUGHRABI [57] en considérant que le matériau est composite et constitué de zone dures et de zones molles. Dans le cas présent, les zone dures correspondent aux parois formées durant les dix premiers cycles et à la martensite  $\alpha'$  formée aux intersections de bandes de glissement au cours des cycles suivants. Les zones molles se définissent entre les zones dures. On voit immédiatement que la martensite  $\alpha'$  crée des champs de déformation élastique plus importants que ceux produits par les parois de dislocations formés en début de cyclage.

En plus de ces critères, l'influence de l'EDE est probablement à prendre en compte. En effet, la valeur de l'EDE pour des aciers chrome-nickel diminue quand la température diminue [47].

*Une diminution de température (300K → 77K) conduit sans surprise à un arrangement plan des dislocations par abaissement de l'EDE et par augmentation de forces de friction.*

### **3 -3 -3 Effet combiné de l'azote et d'une basse température**

Compte tenu des remarques énoncées précédemment, un acier 316L à teneur en azote élevée devrait former des arrangements de dislocations très plans. Cependant, que signifie très plan ? Tout au plus, pouvons nous constater des

nuances dans le caractère plan suivant la manière dont sont réparties les dislocations. Le fait est que dans les aciers à forte teneur en azote, nous observons un changement dans le mode de déformation se matérialisant par la présence de très nombreuses fautes d'empilements et de martensite  $\epsilon$ . Il va de soi qu'il existe une similarité entre ces deux défauts. En effet, rappelons qu'une faute d'empilement correspond à une perturbation dans l'empilement des plans atomiques. Dans le cas des métaux CFC où l'empilement des plans atomiques suit la séquence ABCABCABCA..., une faute d'empilement donnera comme nouvelle séquence ABCABABABCA... c'est-à-dire apparition très locale d'un arrangement hexagonal compact (HC). La martensite  $\epsilon$  de structure cristallographique HC peut être alors vue comme une superposition de fautes d'empilement. Ces deux défauts ne diffèrent alors que par leur extension, la notion de nouvelle phase ne pouvant être employée que si cette dernière est identifiable en diffraction des électrons, par exemple. Deux facteurs permettent alors une transformation martensitique aisée de type  $\epsilon$ . Le premier est l'effet de la température qui tendra à maintenir dissociées les dislocations partielles par effet pur et simple d'abaissement d'EDE. Les fautes d'empilement facilement créées servent ainsi de "germes" pour la formation de martensite  $\epsilon$ . Le second facteur est lié au caractère epsilongène de l'azote [48]. De plus, l'évolution de la différence d'énergie libre entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\epsilon$  pour les aciers type 18Cr-12Ni montre que la phase  $\epsilon$  est d'autant plus stable que la température diminue depuis 400K [49]. Un mécanisme de déformation empruntant les fautes d'empilement et une transformation cristallographique CFC  $\rightarrow$  HC est observé pour les alliages Co-Cr-Mo connus pour avoir une EDE très faible [51]. Un effet durcissant est également associé à ces mécanismes de déformation [52]. Nos observations sont parfaitement compatibles avec les propos de K. RAJAN [50] sur le durcissement par fautes d'empilement. Cet auteur montre que les rubans de faute d'empilement ne sont pas des obstacles difficiles à vaincre. En revanche, les interactions entre les intersections de fautes d'empilement et les dislocations mobiles sont importantes et produisent l'effet durcissant. On devrait

donc avoir des contraintes internes très importantes. De nouveau, la détermination des contraintes internes et effectives est intéressante. La figure 3.11 représente l'évolution de ces deux grandeurs pour l'acier 316LN cyclé sous la variation de déformation  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$  aux températures de 300K et 77K.

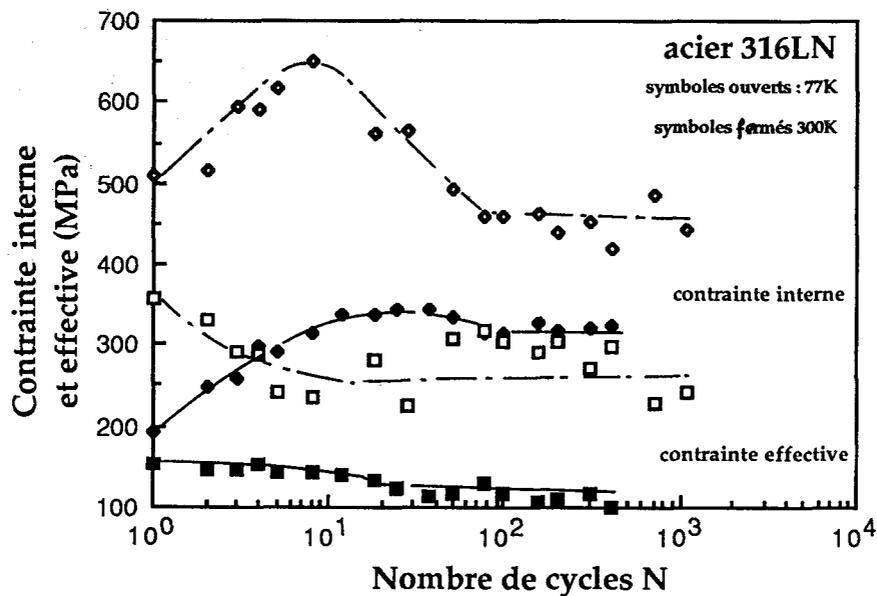


Figure 3.11: mise en évidence de la température sur l'évolution des contraintes internes et effectives de l'acier 316LN cyclé à  $\Delta\varepsilon_t = 2.5\%$

L'analyse de cette courbe nous montre incontestablement que l'amplitude des contraintes effectives est doublée par l'abaissement de température mais là encore le rapport  $\sigma_{\text{eff}}/\sigma_{\text{maxi}}$  ne semble pas affecté par la température d'essai. Notons cependant que le dépouillement des boucles d'hystérésis de l'acier 316LN obtenues à 77K est plus sujet à dispersion et que la détermination du module d'YOUNG (195000 MPa) s'est faite avec un succès moindre par rapport à la littérature. BYRNES et al [42] obtiennent également une composante thermique de l'écoulement de contrainte très élevée, avec un rapport  $\sigma_{\text{th}}/\sigma$  voisin de 0.7, valeur très élevée pour un matériau CFC mais courante pour un matériau CC. Quant à l'éventuelle décroissance de la contrainte effective avec le nombre de cycles, il est assez délicat d'y attribuer une cause compte tenu de la technique expérimentale.

Toutefois, si cette tendance persiste, c'est que de nouveau le rôle des interstitiels évolue au cours du temps probablement à cause d'une redistribution de ces interstitiels. L'évolution de la contrainte interne en cours de cyclage accentue les phases d'accommodation (durcissement puis adoucissement) visibles sur l'évolution de la contrainte maximum. Cependant, l'analyse des structures de dislocations des échantillons dont le cyclage avait été interrompu n'a pas été suffisamment détaillée pour permettre une explication non ambiguë de ce comportement singulier.

*Dans le cas présent, il peut être conclu que les mécanismes de plasticité cyclique à basse température des aciers à forte teneur en azote résultent de contraintes effectives élevées et d'une EDE faible. Notre analyse suggère indirectement que l'azote tend à diminuer l'EDE à basse température.*

### 3 - 3 - 4 : Effet d'une augmentation de température

L'étude des effets ci-énoncés montre les nombreuses interactions entre les différents facteurs. Certains de ces effets, en particulier la diminution de la température, donnent une réponse classique et attendue parce qu'ils suivent de manière classique les concepts admis et souvent employés de plasticité.

Dans cette partie, nous utiliserons un acier assez différent de l'acier 316 pour montrer l'influence d'un accroissement de température sur le mode de glissement. Une analyse très précise doit être entreprise de manière objective sans utiliser aveuglément les principes couramment employés pour rendre compte de cet aspect.

Pour cela, étudions le comportement cyclique d'un acier inoxydable austénitique 25Cr-20Ni (fourni par T. MAGNIN) à 300K et à 673K.

Les essais de fatigue sont réalisés sous variation de déformation plastique contrôlée  $\Delta\epsilon_p = 0.8\%$  à 300K et à  $\Delta\epsilon_p = 0.2\%$  à 673K. Ils sont interrompus quand la contrainte

de saturation est atteinte, i.e. bien avant la rupture, pour un examen des structures de dislocations au MET après 250 cycles à 300K et après 2150 cycles à 673K. Toutes ces méthodes d'essai et d'analyse sont très classiques et analogues à celles déjà décrites durant les deux chapitres précédents.

La figure 3.12 représente l'évolution de l'amplitude de contrainte pour chaque température d'essai en fonction du nombre de cycles.

L'évolution de l'amplitude de contrainte diffère en grande partie par la valeur de la contrainte et aussi par la présence d'un durcissement plus intense dans le cas de l'essai à 300K où l'amplitude de déformation est également plus élevée.

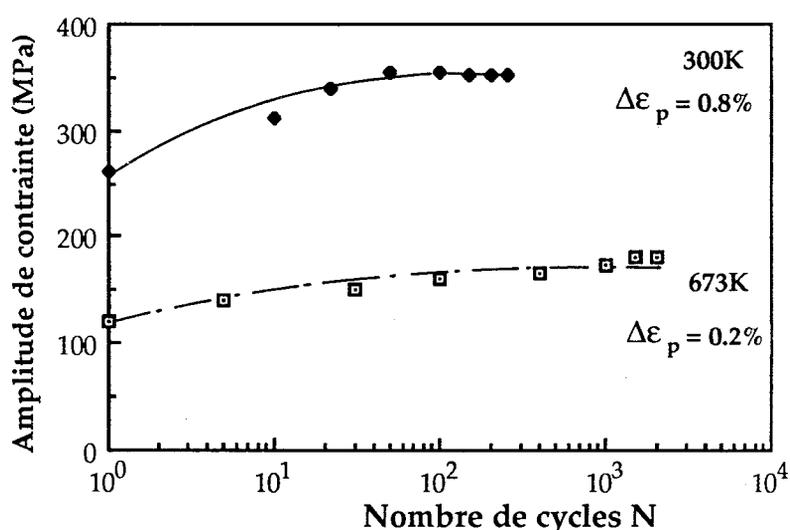
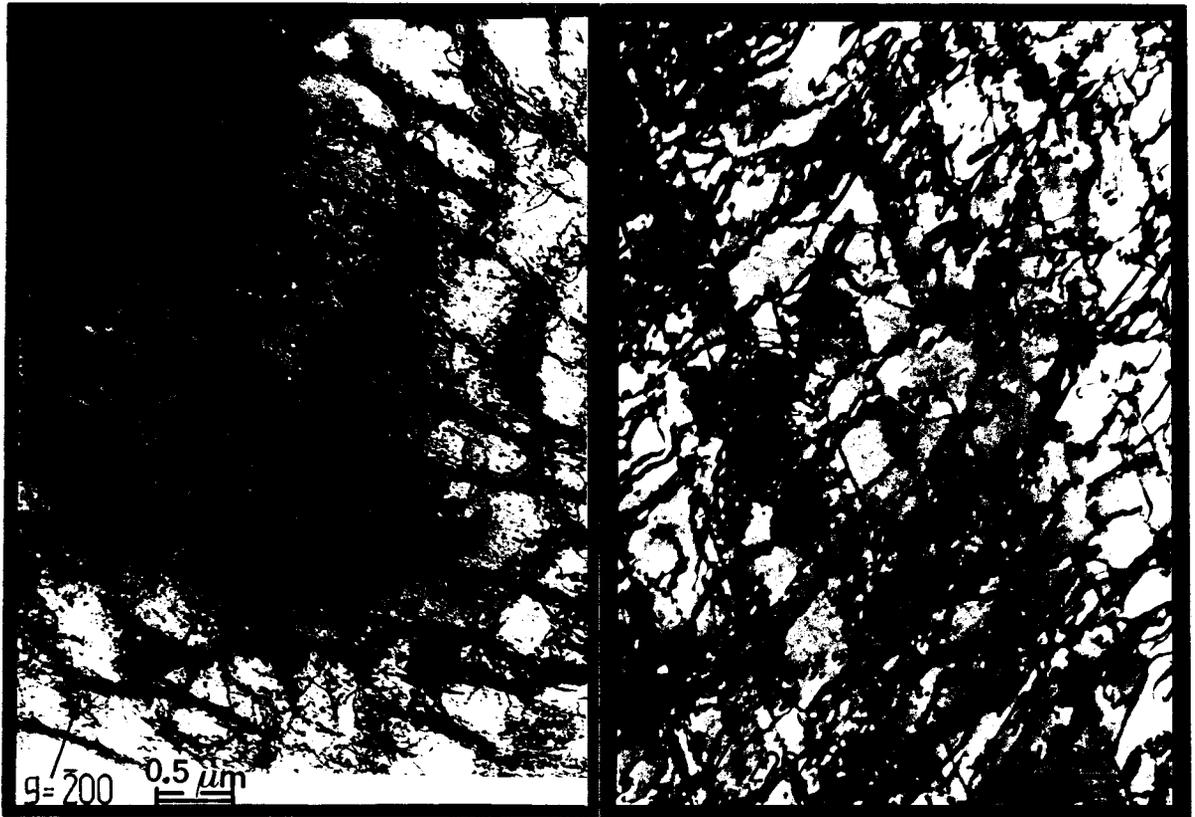


Figure 3.12 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles  $N$  de l'acier 25Cr-20Ni cyclé à  $\Delta\epsilon_p = 0.2\%$ ,  $T = 673K$  et à  $\Delta\epsilon_p = 0.8\%$ ,  $T = 300K$

En revanche, les structures de dislocations développées dans chacun des cas sont franchement différentes et surprenantes comme le montrent les figures 3.13 et 3.14. Pour l'essai mené à 300K, des arrangements de dislocations typiques de glissement facile, dévié ou double se forment. On note une légère hétérogénéité de la déformation selon le grain considéré (ou plus exactement suivant l'orientation du grain par rapport à l'axe de sollicitation) d'où la présence d'arrangements en veine, amas suggérant des montants de déformation faibles ainsi que la présence de PSB, murs dipôlares et labyrinthes. Dans l'échantillon cyclé à 673K, les structures de

dislocations relèvent d'un glissement plan. Des paires de dislocations et des multipôles sont fréquemment observés de même que des barrières de LOMER-COTTRELL.



*Effet de la température sur le mode de glissement des dislocations  
et des arrangements resultants dans l'acier 25Cr-20Ni*

*Figure 3.13 :  $T = 300K$ ,  $\Delta\epsilon_p = 0.8\%$   
Murs dipôlaires*

*Figure 3.14 :  $T = 673K$ ,  $\Delta\epsilon_p = 0.2\%$   
Arrangement plan de dislocations*

Ce résultat confirme la difficulté d'identifier l'origine du glissement plan dans ces alliages. En effet, par augmentation de température, une structure typique de glissement ondulé (donnant lieu à des murs dipôlaires ou cellules) était plutôt attendue comme l'observent ABDEL-RAOUF et al [53] dans l'acier inoxydable austénitique 304 (18Ni-8Cr). Cependant, comme nous l'avons fait remarquer au paragraphe 1-4-2, cette singularité d'un accroissement du caractère plan du

glissement avec la température ne semble être associée qu'à certains aciers austénitiques où l'on observe parfois du vieillissement après écrouissage dynamique vers 600K.

Il est très probable que l'EDE de ces matériaux soient plus élevée à 673K qu'à 300K si l'on se réfère aux mesures d'EDE (méthode des nœuds) effectuées par R.M. LATANISION and A.W. RUFF [54]. En effet, ces auteurs ont mesuré l'EDE de l'alliage 18.7Cr-15.9Ni à 298K et 598K et trouvent respectivement 24.9 + ou - 1.0 mJ et 31.8 + ou - 1.1 mJ. L'effet de la température sur l'EDE dans ce cas est mis en évidence sans ambiguïté. Il est donc tout à fait raisonnable de penser que l'origine du glissement n'est dans le cas présent pas uniquement déterminée par l'EDE. De même, nous ne pouvons pas attribuer ce glissement plan à l'effet Courduroy comme l'ont fait GERLAND et al [55] dans l'acier 316L cyclé à 573K sous vide. En effet, la présence de boucle de dislocations de dimension très faible (< 5nm) provoquait un durcissement cyclique secondaire après un nombre de cycles très important. Ici, aucun durcissement secondaire n'apparaît d'une part, et d'autre part le glissement plan se produit dès les premiers cycles.

Dans ce cas, la cause du glissement plan est probablement une conséquence de l'ordre à courte distance ou de vieillissement dynamique sous contrainte. Bien que ce dernier mécanisme soit très sensible à la vitesse de déformation et se manifeste pour une gamme de température bien déterminée (critères inconnus à ma connaissance pour cet alliage), il faut admettre comme point commun entre ces deux mécanismes la prise en compte d'un arrangement local atomique, équivalent à une affinité d'importance différente, entre atomes étrangers. Notons au passage qu'une augmentation de l'EDE avec la température est tout à fait compatible avec l'existence d'un ordre à courte distance d'après les travaux de THOMAS [56].

*En résumé, la formation d'arrangements plans de dislocations par élévation de température dans l'acier inoxydable austénitique 25Cr-20Ni est attribuée à des effets dominants d'ordre à courte distance plutôt qu'à l'influence de l'EDE .*

### 3-4 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA PLASTICITE CYCLIQUE DES ALLIAGES FE-CR-NI

De ces analyses, nous pouvons conclure que la plasticité cyclique des alliages Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-N n'est pas corrolée à l'EDE de la même manière et aussi simplement que pour les alliages à base de cuivre.

Le mode de glissement des dislocations dans les alliages Fe-Cr-Ni est contrôlé par l'intensité de l'effet des trois facteurs suivants :

énergie de défaut d'empilement

ordre à courte distance

contrainte effective.

Il est parfois délicat de séparer nettement l'effet produit par chacun de ces facteurs. L'ordre à courte distance induit des valeurs élevées de contraintes effectives. De plus, ces facteurs sont souvent fonction de plusieurs paramètres. Dans le cas présent, l'EDE, l'OCD et les contraintes effectives dépendent des mêmes paramètres: température, composition chimique. Une augmentation de la température provoque une augmentation de l'EDE et favorise la mise en ordre. La valeur des contraintes effectives est augmentée par une diminution de la température en particulier à cause de la contribution des forces de friction. L'azote interstitiel tend à augmenter les contraintes effectives par les interactions solutés-dislocations. La présence de nombreux interstitiels d'azote tend à créer un ordre local à des températures relativement basses. Son action sur l'EDE est fonction de la température.

En ce qui concerne les alliages Fe-Cr-Ni-N, le glissement dévié est manifeste quand l'EDE est élevée et agit seule, les contraintes effectives étant faibles et l'OCD absent. Le glissement plan est favorisé par une EDE faible mais également lorsque l'OCD se forme et lorsque les forces de frictions et/ou interactions solutés-dislocations contribuent à augmenter les contraintes effectives même si l'EDE est élevée.

Lorsque la plasticité s'effectue à l'aide du glissement des dislocations, sans changement de phases, les plans de glissement dévié sont en fait toujours plus ou moins empruntés. La distinction entre le glissement dévié et le glissement plan concerne d'une part le nombre de plans de glissement dévié empruntés ainsi que les fréquences de déviation. D'autre part, la seconde nuance se traduit par la manière dont un groupe de dislocations se répartira sur les plans de glissement dévié face à un obstacle.

Les schémas de la figure 3.15 inspirés des remarques de GEROLD et KARNTHALER [59] pour les sollicitations monotones, illustrent la répartition de la déformation quand le mode de glissement des dislocations est dévié.

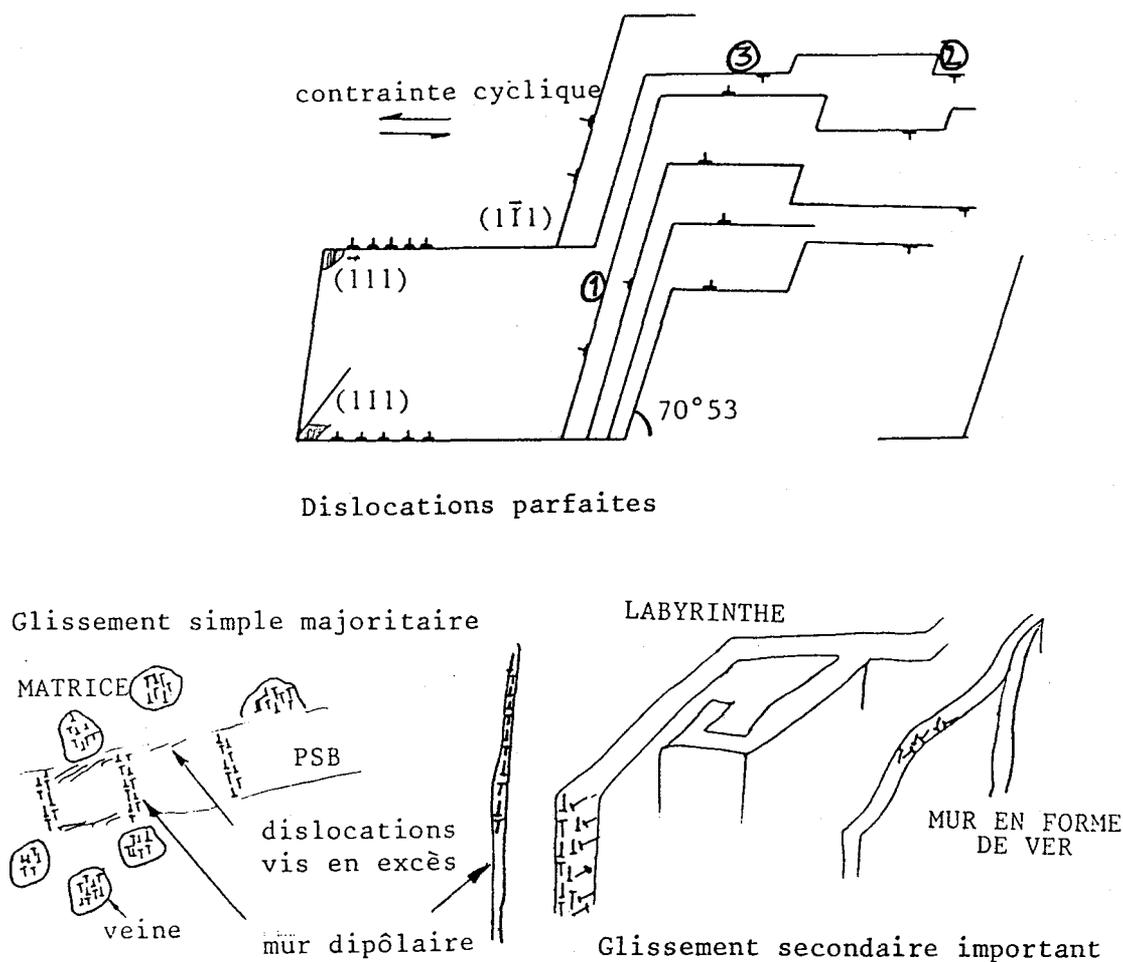


Figure 3.15: répartition de la déformation quand le mode de glissement des dislocations est dévié et structures résultantes.

Quand un groupe de  $n$  dislocations rencontrent un obstacle, ces  $n$  dislocations pourront emprunter très facilement de nombreux plans de glissement dévié ① pour contourner cet obstacle. Ceci est possible car les forces de friction sont modérées pour le matériau de structure CFC et que les interactions interstitiels-dislocations sont faibles puisque la teneur en interstitiels est faible. Les contraintes effectives n'affecteront pas le mouvement à courte distance des dislocations et la recombinaison de dislocations partielles en dislocations parfaites peut s'effectuer à moindre coût énergétique. Il y a bon accord ici entre recombinaison facile de dislocations, EDE élevée i.e. distance entre dislocations partielles faible et glissement dévié à l'échelle de la dislocation individuelle. Les dislocations pourront alors de la même manière revenir sur des plans de glissement parallèles au plan de glissement originel. Cette facilité à changer de plan de glissement et donc de produire des petites déviations ② conduit à rendre possible les annihilations ③ entre dislocations vis de manière à maintenir l'équilibre dynamique nécessaire requis dans une structure type mur / veine - canal. De plus, les nombreuses interactions entre dislocations sont les sources de crans dont résulte la formation de dipôles.

Lorsque le glissement est plan, la répartition de la déformation à l'encontre d'un obstacle ne s'effectue de manière aussi "dispersée" que dans le cas précédent (figure 3.16).

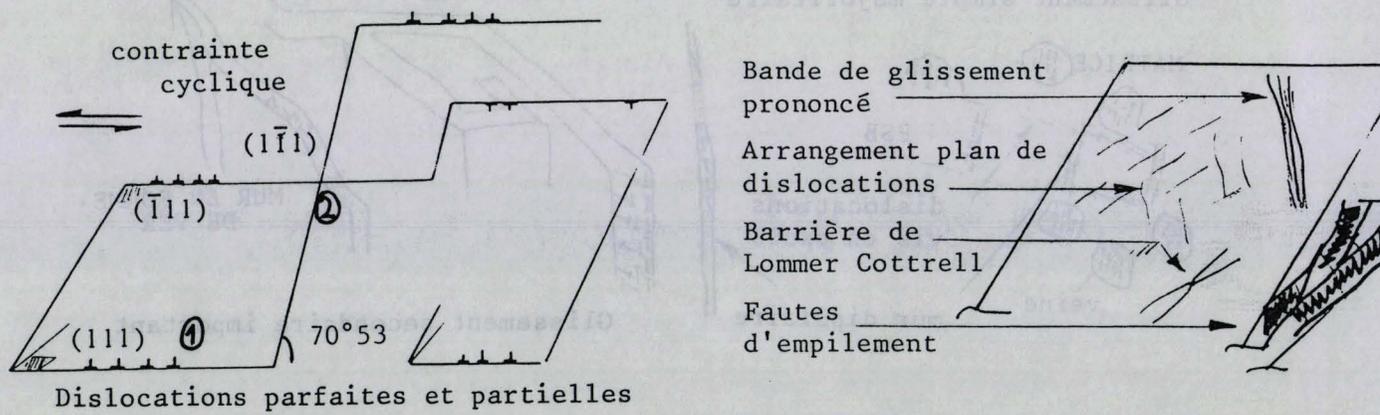


Figure 3.16: répartition de la déformation lorsque le mode de glissement des dislocations est plan et structures résultantes

Lorsqu'un obstacle se présente devant un groupe de  $n$  dislocations ①, le groupe de  $n$  dislocations empruntera momentanément un plan de glissement dévié ② pour glisser dans ce plan avant de revenir sur un plan parallèle au plan originel. Les déviations sont beaucoup moins nombreuses et les chances d'atteindre les distances d'annihilation diminuent. L'azote dont la tendance est de créer un ordre local quand il est en quantité importante de même qu'une faible température constituent des barrières d'énergie à courte distance difficiles à vaincre. L'OCD et la force de friction bloqueront les dislocations dissociées et empêcheront une recombinaison aisée des dislocations partielles en dislocations parfaites. Les dislocations de caractère imparfaites accommoderont la déformation plastique. La formation de barrières de LOMER COTTRELL, résultat d'interactions entre dislocations partielles, est ainsi envisageable. Les effets produits par l'OCD et les contraintes de friction élevées (dont la résultante est une contrainte effective élevée) décrits par ces termes ont une action "mécanique". On note dès à présent que le bon accord entre absence de glissement dévié et faible valeur d'EDE est encore observé pour les basses températures mais plus pour les hautes températures où ce scénario peut s'appliquer même si l'EDE est élevée. Ceci est d'autant plus vrai quand le matériau présente une phase HC stable. Dans ce cas, le mode de plasticité cyclique fait intervenir une déformation par fautes d'empilement, conséquence d'un effet chimique.



## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE 3

1 - Z.S. BASINSKI and S.J. BASINSKI

*Temperature and rate dependence of saturation stress for low amplitude fatigue of Cu crystals between 4.2 and 350 K*

Acta metallurgica, Vol. 37, n°12, 1989, pp. 3255-3262

2 - R. NEUMANN and P. NEUMANN

*Strain bursts and coarse slip during cyclic deformation of FCC and HCP single crystals*

Scripta Metallurgica, Vol. 4, 1970, pp. 645-650

3 - K. MECKE, C. BLOCHWITZ and U. KREMLING

*The development of the dislocation structures during the fatigue process of FCC single crystals*

Crystal Research and Technology, Vol. 17, n°12, 1982, pp. 1557-1570

4 - K. MECKE

*TEM investigations of the cyclic stress-strain behaviour and the formation of persistent slip bands in fatigued single crystals of nickel using changing amplitude tests*

Physica Status Solidi (a), Vol. 25, 1974, pp. K93-K96



5 - D. KUHLMANN-WILSDORF and C. LAIRD

*Dislocation behaviour in fatigue*

Materials Science and Engineering, Vol. 27, 1977, pp. 137-156

6 - D. KUHLMANN-WILSDORF and C. LAIRD

*Dislocation behavior in fatigue : breakdown of loop patches and formation of persistent slip bands and of dislocation cells*

Materials Science and Engineering, Vol. 46, 1980, pp. 209-219

7 - A.T. WINTER

*Nucleation of PSB in cyclically deformed copper crystals*

Philosophical magazine, Vol. 37, n° 4, pp. 457-463

8 - Z.S. BASINSKI, A.S. KORBEL and S.J. BASINSKI

*The temperature dependence of the saturation stress and dislocation substructure in fatigued copper single crystals*

Acta metallurgica, Vol. 28, 1980, pp. 191-207

9 - P. CHARSLEY

*Dislocation arrangements in polycrystalline copper alloys fatigued to saturation*

Materials Science and Engineering, Vol. 47, 1981, pp. 181-185

10 - R. WANG and H. MUGHRABI

*Secondary cyclic hardening in fatigued copper monocrystals and polycrystals*

Materials Science and Engineering, Vol. 63, 1984, pp. 147-163

- 11 - K. MECKE and C. BLOCHWITZ  
*Saturation dislocation structures in cyclically deformed nickel single crystals of different orientations*  
Crystal Research and Technology, Vol. 17, n° 6, 1982, pp. 743-758
- 12 - F. ACKERMANN, L.P. KUBIN, J. LEPINOUX and H. MUGHRABI  
*The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals*  
Acta metallurgica, Vol. 32, n° 5, 1984, pp. 715-725
- 13 - K. MECKE, J. BRETSCHNEUDER, C. HOLSTE and W. KLEINERT  
*Dislocation arrangements in nickel crystals fatigued at low temperatures*  
Crystal Research and Technology, Vol. 21, n° 8, 1986, pp. K135-K-138
- 14 - P. CHARSLEY and L.J. HARRIS  
*Condensed dislocation structures in polycrystalline aluminium fatigued at 77K*  
Scripta Metallurgica, Vol. 21, 1987, pp. 341-344
- 15 - P. CHARSLEY, U. BANGERT and L.J. APPLEBY  
*The effect of temperature and amplitude on dislocation structures in cyclically deformed pure aluminium*  
Materials Science and Engineering, Vol. A113, 1989, pp. 231-236
- 16 - K. MECKE, W. KLEINERT and M. HÜBNER  
*Development of the dislocation arrangement and the surface slip marking during the cyclic deformation of nickel single crystals at 78K*  
Materials Science and Engineering, Vol. A111, 1989, pp. L3-L7
- 17 - S.E. FIELDING and W.M. STOBBS  
*Dislocation structures in fatigued polycrystalline stainless steel*  
Journal of Microscopy, Vol. 130, pp. 279-288
- 18 - L. HANDFIELD  
*Fatigue oligocyclique du titane et du zirconium*  
Ph. D, Ecole Polytechnique de MONTREAL, 1984
- 19 - B.S. MAJUMDAR and J. BURNS  
*Push-pull fatigue of LiF at elevated temperatures - II Microstructures*  
Acta Metallurgica, Vol. 30, 1982, pp. 1751-1760
- 20 - R.W. HONEYCOMBE  
Proceeding Royal Society, Vol. A 242, 1957, p. 213
- 21 - I.B. KWON, M.E. FINE and J. WEERTMAN  
*Microstructural studies on the initiation and growth of small fatigue cracks at 298, 77 and 4.2K in polycrystalline copper*  
Acta Metallurgica, Vol. 37, N° 11, 1989, pp. 2927-2936

- 22 - M. BERNARD, J.-B. VOGT, T. BUI QUOC and J.I. DICKSON  
*Low cycle fatigue behaviour and cumulative damage effect of 316 stainless steel at 20°, 427° and 650° C*  
Compte rendu de la conférence "FATIGUE 84" édité par C.J. BEEVERS  
EMAS, 1984, pp. 1029-1035
- 23 - M. GERLAND and P. VIOLAN  
*Secondary cyclic hardening and dislocation structures in type 316 stainless steel at 600°C*  
Materials Science and Engineering, Vol. 84, 1986, pp. 23-33
- 24 - L. BOULANGER, A. BISSON and A.A. TAVASSOLI  
*Labyrinth structure and persistent slip bands in fatigued 316 stainless steel*  
Philosophical Magazine A, Vol. 51, N°2, 1985, pp. L5-L11
- 25 - E.R. de los RIOS and M. W. BROWN  
*Cyclic strain hardening of 316 stainless steel at elevated temperatures*  
Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol. 4, 1981, pp. 377-388 
- 26 - A.T. WINTER  
*Dislocation structure in the interior of a fatigued copper polycrystal*  
Acta Metallurgica, Vol. 28, 1980, pp. 963-964
- 27 - N.Y. JIN and A.T. WINTER  
*Dislocation structure in cyclically deformed [001] copper crystals*  
Acta Metallurgica, Vol.32, 1984, pp. 1173-1176
- 28 - C.R. GOSTELOW  
*Some observations on fatigue in copper single crystals*  
Metal Science Journal, Vol. 5, 1971, pp.177-181
- 29 - J.I. DICKSON, J. BOUTIN and G. L'ESPERANCE  
*An explanation of labyrinth walls in fatigued FCC metals*  
Acta Metallurgica, Vol. 34, N°8, 1986, pp. 1505-1514
- 30 - J.I. DICKSON, L. HANDFIELD and G. L'ESPERANCE  
*Geometrical factors influencing the orientations of dipolar dislocation structures produced by cyclic deformation of FCC metals*  
Materials Science and Engineering, Vol. 81, 1986, pp. 477-492 
- 31 - J. I. DICKSON, G. L'ESPERANCE and S. TURENNE  
*Factors influencing the spacings between dipolar wall in cyclic deformation*  
Scripta Metallurgica, Vol. 20, 1986, pp. 1661-1666

- 32 - G. L'ESPERANCE, J.-B. VOGT and J.I. DICKSON  
*The orientations of dipolar walls in cyclically deformed 316 stainless steel*  
Compte rendu de la conférence "ICSMA 7" édité par H.J. Mac QUEEN, J.-P. BAILON, J.I. DICKSON, J.J. JONAS and M.G. AKBEN, Pergamon PRESS, 1986, pp.1423-1428
- 33 - J.I. DICKSON, S. TURENNE, L. HANDFIELD and G. L'ESPERANCE  
*The orientations of dipolar walls produced by cyclic deformation*  
Compte rendu de la conférence "FATIGUE 87" édité par R.O RITCHIE et E.A STARKE, EMAS, 1987, Vol.1, pp. 1113-1124
- 34 - J.I. DICKSON, L. HANDFIELD, S.TURENNE and G. L'ESPERANCE  
*The three dimensional shape of loop patches produced by cyclic deformation*  
Materials Science Engineering, Vol.89, 1987, pp. L1-L5
- 35- J.I. DICKSON, HONG BANDE and G. L'ESPERANCE  
*Loop patch orientations in the matrix structure of cyclically deformed copper*  
Materials Science Engineering A, Vol. 101, 1988, pp. 75-85
- 36 - H. MUGHRABI and R. WANG  
*Cyclic strain localization and fatigue crack initiation in persistent slip bands in face-centred cubic metals and single-phase alloys*  
Compte rendu de la conférence " Defects and fracture" édité par G.C. SIH and H. ZORSKI, Martinus Nijhoff Publishers, 1982, pp. 15-28
- 37 - R.E. SCHRAMM and R.P. REED  
*Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels*  
Metallurgical Transactions A, Vol. 7A, 1975, pp. 1345-1351
- 38 - P.J. BROFMAN and G.S. ANSELL  
*On the effect of carbon on the stacking fault energy of austenitic stainless steels*  
Metallurgical Transactions, Vol. 9A, 1978, pp. 879-880
- 39 - C.G. RHODES and A.W. THOMPSON  
*The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels*  
Metallurgical Transactions, Vol. 8A, 1977, pp. 1901-1906
- 40 - R. TAILLARD and J. FOCT  
*Mechanisms of the action of nitrogen interstitials upon low cycle fatigue behaviour of 316 stainless steels*  
Compte rendu de la conférence "HNS 88" édité par J. FOCT and A. HENDRY ,  
The Institute of metals, 1988, pp. 387-381

41 - D. KUHLMANN-WILSDORF

*Correlating back stresses and friction stresses with dislocation behavior in fatigued copper single crystals*

Compte rendu de la conférence "ICSMA 5" édité par P. HAASEN, V. GEROLD and G. KOSTORZ, Pergamon press, 1979, pp. 1081-1087

42 - M.L.G. BYRNES, M. GRUJICIC and W.S. OWEN

*Nitrogen strengthening of a stable austenitic stainless steel*

Acta Metallurgica, Vol. 35, N°7, 1987, pp. 1853-1862

43 - G. WAHLBERG

*The role of nitrogen in duplex stainless steels*

Thèse de doctorat, 1989, Chalmers University of Technology, Göteborg, Suède

44 - G. WAHLBERG, U. ROLANDER and H. -O ANDREN

*Interaction between nitrogen and substitutional elements in the austenitic phase of duplex stainless steels*

Compte rendu de la conférence internationale "HNS 88" édité par J. FOCT and A. HENDRY, the Institute of metals, 1988, pp. 163-168

45 - J.C. FISHER

*On the strength of solid solution alloys*

Acta metallurgica, Vol. 2, 1954, pp. 9-10

46 - T. SUZUKI, H. KOJIMA, K. SUZUKI, T. HASHIMOTO and M. ICHIHARA

*An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel*

Acta Metallurgica, Vol. 28, 1977, pp. 1151-1162

47 - B. THOMAS

*Microscopie électronique et déformation plastique des aciers inoxydables austénitiques industriels*

Journal de Microscopie et de Spectroscopie Electronique, Vol. 1, 1976, pp.623-636

48 - S. HERTZMAN and M. JARL

*A thermodynamic analysis of the Fe- Cr-N system*

Metallurgical Transactions, Vol. 18A, 1987, pp. 1745-1752

49 - R.P. REED

*Martensitic phase transformations*

"Materials at low temperatures" édité par R.P. REED and A.F. CLARK,

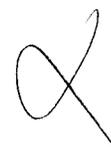
ASM, 1983, pp. 295

50 - K. RAJAN

*Stacking fault strengthening in low stacking fault energy alloys*

Scripta metallurgica, Vol. 17, 1983, pp. 101-104

- 51 - L.Z. ZHUANG and E.W. LANGER  
*Observations on the faceted fatigue fracture of cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants*  
Metallurgical transaction, Vol. 20A, 1989, pp. 99-103
- 52 - L.Z. ZHUANG and E. W. LANGER  
*Determination of cyclic strain-hardening behaviour produced during fatigue crack growth in cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants*  
Materials Science and Engineering, A 108, 1989, pp. 247-252
- 53 - H. ABDEL RAOUF, A. PLUMTREE and T.H TOPPER  
*Temperature and strain rate dependence of cyclic deformation response and damage accumulation in OFHC copper and 304 stainless steel*  
Metallurgical transactions, Vol. 5, 1974, pp. 267-277
- 54 - R.M. LATANISION and A.W. RUFF  
*The temperature dependence of stacking fault energy in Fe-Cr-Ni alloys*  
Metallurgical transactions, Vol. 2, 1971, pp. 505-509
- 55 - M. GERLAND, B. AIT SAADI and P. VIOLAN  
*Evolutions of dislocation structures in type 316L stainless steel during plastic fatigue at 20, 300 and 600 °C in vacuum*  
Compte rendu de la conférence " ICSMA 8" édité par P.O KETTUNEN, T.K. LEPISTØ and M.E. LEHTONEN, Pergamon press 1988, pp.671-676
- 56 - G. THOMAS  
*The effect of short-range order on stacking fault energy and dislocation arrangements in FCC solid solutions*  
Acta metallurgica, Vol. 11, 1963, pp. 1369-1371
- 57 - H. MUGHRABI  
*Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals*  
Acta Metallurgica, Vol. 31, n°9, 1983, pp. 1367-1369
- 58 - J. BOUTIN, J.I. DICKSON and J.-P. BAILON  
*The cyclic deformation of 70/30  $\alpha$  brass : internal and effective stresses and dislocation substructures*  
Compte rendu de la conférence "Time-dependent fracture" édité par A.S. KRAUSZ, Martinus Nijhoff Publishers, 1985, pp. 13-26
- 59 - V. GEROLD and H. P. KARNTHALER  
*On the origin of planar slip in FCC alloys*  
Acta Metallurgica, Vol. 37, n°8, 1989, pp. 2177-2183
- 60 - J. OLFE and H. NEUHAUSER  
*Dislocation groups, multipoles and friction stresses in  $\alpha$ -Cu Zn alloys*  
Physica Status Solidi, Vol. 109, 1988, pp. 149-160,



## CONCLUSION GENERALE



## CONCLUSION GENERALE

L'étude du comportement mécanique cyclique et sa relation avec les structures de dislocations formées par fatigue oligocyclique dans l'alliage type 316 en fonction de la température d'essai et de la teneur en azote interstitiel nous a permis d'apporter de nouvelles informations concernant les mécanismes de formation d'arrangements de dislocations. Les facteurs déterminant le mode de glissement dans un matériau CFC fortement allié ont été précisés et surtout le rôle de l'azote interstitiel sur les mécanismes de plasticité cyclique.

L'alliage 316 s'est révélé être un matériau dans lequel le glissement des dislocations est tantôt plan, tantôt dévié. Le changement de mode de glissement des dislocations est fonction de plusieurs paramètres : énergie de défaut d'empilement, ordre à courte distance et contraintes effectives.

Grâce à la mise en évidence du glissement dévié facile ainsi que du glissement double dans des conditions particulières, nous avons montré que certains types de configurations présentent des variétés que ne présentent ni les monocristaux ni les alliages binaires et que d'autres variétés peuvent être obtenues de différentes façons. En particulier, les murs dipôlaire formés dans ce type d'alliage peuvent contenir un ou deux vecteurs de BURGERS. Les orientations de ces murs doublement polygonisés sont différentes de celles du mur de simple polygonisation. L'analyse des vecteurs de BURGERS dans les canaux a permis de déterminer très précisément la nature des murs ainsi que leur orientation. Elle débouche sur une modélisation et une prévision des murs de labyrinthe et de double polygonisation en fonction des systèmes de glissement possibles.

L'arrangement en cellules de dislocations généralement créées par multiglisement aux fortes amplitudes de déformation peut se former par d'autres mécanismes. Les cellules peuvent apparaître en bande dans les PSB. Les parois sont composites puisque constituées de parties dipôlaire et d'agglomérations de

dislocations vis aux interfaces PSB-matrice. Ceci est une conséquence du déséquilibre entre la production et l'annihilation de dislocations vis. Le second mécanisme de formation de cellules s'obtient par fermeture de labyrinthes quand leur croissance est facile. Ceci est le signe d'un glissement secondaire et/ou dévié très facile et d'intensité semblable à celle du glissement primaire. Enfin, nous observons que les cellules peuvent se former de manière individuelle lorsque des murs dipôlares ont été détruits et sont en cours de réorganisation (nouvelle orientation). L'excès de dislocations dans les canaux tend alors à s'arranger en cellules.

Ces analyses montrent l'importance du glissement dévié des dislocations individuelles dans la formation et la stabilité d'arrangements collectifs de dislocations typiques de glissement ondulé.

Nous avons observé un changement dans le mode de glissement des dislocations, dévié → plan quand la teneur en azote est élevée et/ou pour des températures d'essai aussi bien faibles qu'élevées. L'analyse des causes favorisant un mode de glissement donné démontre que les solutions solides fortement alliées à forte teneur en interstitiels ne sont pas sensibles aux mêmes facteurs que les solutions binaires contenant des substitutionnels. Il est très clair que dans, les alliages Fe-Cr-Ni, la valeur de l'énergie de défaut d'empilement ne contrôle pas à elle seule et de manière simple les possibilités de glissement dévié. Dans ces alliages, le mode de glissement est sensible aux effets de l'énergie de défaut d'empilement, de l'ordre à courte distance et des contraintes effectives. Ces effets agissent tantôt conjointement, tantôt en opposition. Le mode de glissement est plan quand l'ordre à courte distance et les contraintes effectives ont une action prédominante, quelle que soit la valeur de l'énergie de défaut d'empilement. En revanche, le mode de glissement sera du type dévié quand l'ordre à courte distance et les contraintes effectives ont des actions négligeables devant celles de l'énergie de défaut d'empilement élevée.

De ces considérations découle une meilleure connaissance du rôle de l'azote. L'interstitiel azote a une action double et emprunte deux voies pour influencer la plasticité cyclique des aciers Fe-Cr-Ni : une voie chimique et une voie mécanique. L'azote en quantité importante tend à instaurer un ordre à courte distance. Les zones ordonnées tendent à "bloquer" la recombinaison des dislocations partielles et produisent ainsi des contraintes effectives importantes. Même si l'énergie de défaut d'empilement est élevée, l'action de l'azote à travers l'ordre local rend le glissement plan car de toute façon la distance entre les deux dislocations partielles n'est plus la cause de l'impossibilité de recombinaison d'une dislocation parfaite qui glissera sur un plan de glissement dévié. Si cet effet semble purement mécanique, cet ordre à courte distance n'a pu être instauré qu'à cause des affinités chimiques entre l'azote et d'autres éléments.

L'azote est un élément epsilongène. Il favorise la phase HC et la création de fautes d'empilement pour assurer la plasticité cyclique. Dans ce cas l'énergie de défaut d'empilement est faible mais la relation entre valeur de l'énergie de défaut d'empilement et glissement dévié n'a plus le même sens que celui défini pour les matériaux de structure CFC stable. L'azote interstitiel retarde la formation de martensite  $\alpha'$  induite mécaniquement en changeant l'origine des sites de transformation. La consolidation du matériau est toutefois aussi sinon plus importante avec les interstitiels qu'avec la transformation martensitique de type  $\alpha'$  induite mécaniquement. De la même manière, le développement des fautes d'empilement et de la martensite  $\epsilon$  qui requiert des critères thermodynamiques n'est observé qu'en présence d'un champ de contraintes.

Pour clore ce mémoire, cette étude démontre qu'une compréhension des micromécanismes de déformation dans les aciers inoxydables est impérative si l'on vise à améliorer à coup sûr les caractéristiques mécaniques, en particulier la fatigue, à l'aide d'éléments d'alliage peu onéreux mais difficiles à insérer.

Les aciers inoxydables à forte teneur en azote sont de plus en plus considérés comme une famille d'aciers à part entière et cette spécificité est la conséquence du rôle tout à fait original que joue l'élément d'alliage : **N, AZOTE INTERSTITIEL**

## **ANNEXE**

### **DETERMINATION DES CONTRAINTES INTERNES ET EFFECTIVES A PARTIR DE BOUCLES D'HYSTERESIS**



## DETERMINATION DES CONTRAINTES INTERNES ET EFFECTIVES A PARTIR DE BOUCLE D'HYSTERESIS

### Concept de contrainte interne et de contrainte effective [1] :

Il est couramment admis d'après les concepts de SEEGER (cités dans [1]) que les forces qui s'exercent sur une dislocation pour la mouvoir peuvent être divisées en deux composantes :

- une composante servant à franchir les obstacles à longue distance (plusieurs distances atomiques) tels que les précipités, les dislocations dans des plans de glissement parallèles...

- une composante servant à franchir les obstacles à courte distance (quelques distances atomiques) tels que la friction de réseau, interaction avec les solutés...

Le franchissement des obstacles à courte distance peut être en partie aidé par l'activation thermique. Ce mécanisme dépend donc de la température et également de la vitesse de déformation plastique. La contrainte effective est donc une contrainte "thermique".

La contrainte interne ne dépend pas directement de la température. Sa dépendance avec la température ne se manifeste que par l'intermédiaire du module de cisaillement. La contrainte interne est dite "athermique".

La contrainte d'écoulement peut être écrite de la manière suivante :

$$\sigma = \sigma^* (d\varepsilon / dt, T) + \sigma_i \quad \text{où } \sigma^* \text{ est la contrainte effective}$$

et  $\sigma_i$  est la contrainte interne

Il existe plusieurs méthodes permettant d'atteindre les valeurs de la contrainte interne et de la contrainte de friction. Elles peuvent être regroupées en deux familles.

La première famille de méthodes implique celles visant à déterminer les composantes thermique et athermique de la contrainte. On étudie alors la dépendance de la limite d'élasticité ou d'une contrainte d'écoulement en fonction soit de la température à vitesse de déformation constante soit de la vitesse de déformation à température constante. La valeur de la contrainte interne est atteinte quand la contrainte d'écoulement ne dépend plus de la température ou de la vitesse de déformation (figures A1 et A2) et la valeur de la contrainte de friction est obtenue par différence entre la contrainte totale et la contrainte interne.

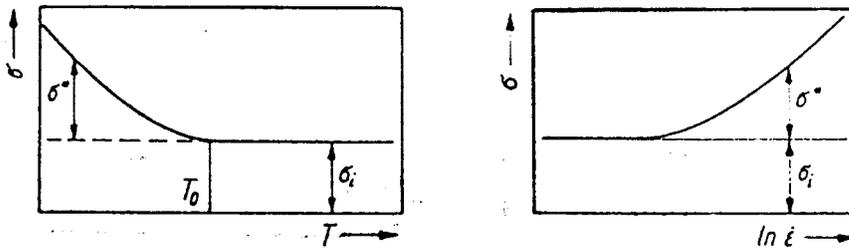


Figure A1 (gauche) et A2 (droite) : décomposition d'un écoulement de contrainte en fonction de la température et de la vitesse de déformation

La seconde famille regroupe les méthodes fondées sur la relaxation de contrainte. Lorsqu'un matériau est maintenu sous déformation contrôlée, la contrainte appliquée sur le matériau se relaxe jusqu'à ce que la contrainte interne soit atteinte (figure A3).

Celle-ci est donc mesurable par la contrainte stabilisée lorsque  $d\sigma / dt = 0$ .

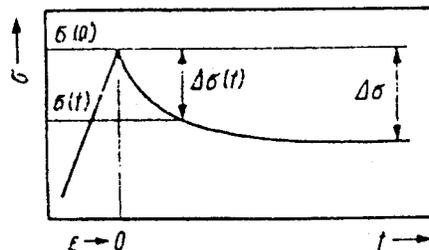


figure A3 : schéma d'une courbe de relaxation

Une variante de cette méthode (méthode de la décharge incrémentale [2] ) consiste à effectuer plusieurs décharges successives après l'entrée dans le domaine plastique et à observer l'évolution de la pente  $d\sigma/dt$  (figure A4). Lorsque cette pente est horizontale, i.e;  $d\sigma/dt = 0$ , la contrainte interne est obtenue et la contrainte effective se calcule par différence entre la contrainte totale et la contrainte interne. Notons qu'avec cette méthode, la contrainte interne peut être obtenue par interpolation si par malchance  $d\sigma/dt = 0$  n'a pas été rencontré.

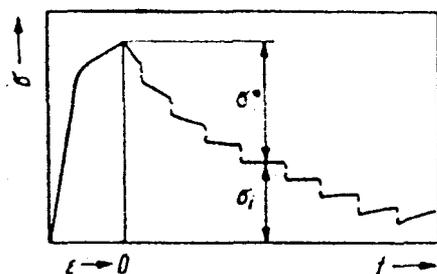


figure A4 : détermination de la contrainte interne par décharges incrémentales

Une autre méthode utilisant le fait que  $d\varepsilon_p/dt = 0$  à  $\sigma^* = 0$  peut être utilisée en pratiquant une décharge après chargement dans le domaine plastique conformément à la figure A5. Dans ce cas, les contraintes interne et effective sont déduites à partir du point milieu de la pente élastique de la portion descendante.

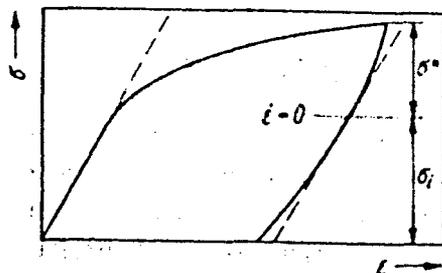


figure A5 : détermination de la contrainte interne et de la contrainte effective à partir de la méthode dite décharge continue

Toutes ces méthodes peuvent facilement être reproduites lorsque le chargement est monotone. Il est clair que la détermination de la contrainte interne requiert en plus du soin expérimental et d'une machine d'essai rigide des durées d'expérience

pouvant être très longues. La méthode de décharge incrémentale est bien effectuée dans l'optique de raccourcir les temps d'expérience d'essais de relaxation réalisés à plusieurs amplitudes de déformation. Il apparaît clairement que la détermination de contraintes internes et effectives sous chargement cyclique est lourde à mettre en œuvre avec ces techniques.

### Mesures de la contrainte interne et de la contrainte effective en fatigue

En 1979, KUHLMANN-WILSDORF et LAIRD [3] proposèrent une analyse de la boucle d'hystérésis en vue d'en extraire ces grandeurs en cours de cyclage.

Considérons la boucle représentée figure A6.

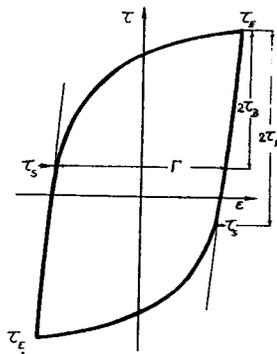


Figure A6 : boucle d'hystérésis enregistrée au cours d'un essai de fatigue oligocyclique

Lors du chargement en compression, le matériau se déforme plastiquement à partir de  $\tau_s$ . La contrainte interne générée durant le cycle précédent tend à " aider la déformation " [3] de sorte que l'on peut écrire :

$$\tau_s = \tau_F - \tau_B$$

En revanche, à la fin du cycle, la contrainte interne s'oppose à la déformation de sorte que :

$$\tau_E = \tau_F + \tau_B$$

En utilisant ces deux équations, on obtient :

$$\tau_F = (\tau_E + \tau_s) / 2 \quad \text{et} \quad \tau_B = (\tau_E - \tau_s) / 2$$

Les notions de contrainte interne et de contrainte effective présentées dans le cas de chargement cyclique et monotone au cours des paragraphes précédents font référence au mouvement des dislocations dans un monocristal orienté pour le glissement simple. Même si des relations de passage monocristal polycristal basées sur les modèles de SACHS et TAYLOR existent, ces notions sont plus complexes dans les polycristaux où les joints de grains agissent comme obstacles au mouvement des dislocations.

HANDFIELD et DICKSON [4] affinent cette méthode et proposent d'accéder aux contraintes internes et effectives de matériaux polycristallins en dépouillant la boucle d'hystérésis comme dans le cas d'un essai à décharge continue (figure A5). Cette méthode prend en compte la forme arrondie des "bouts" de boucle dont l'aspect ressemble à celui de la figure A7.

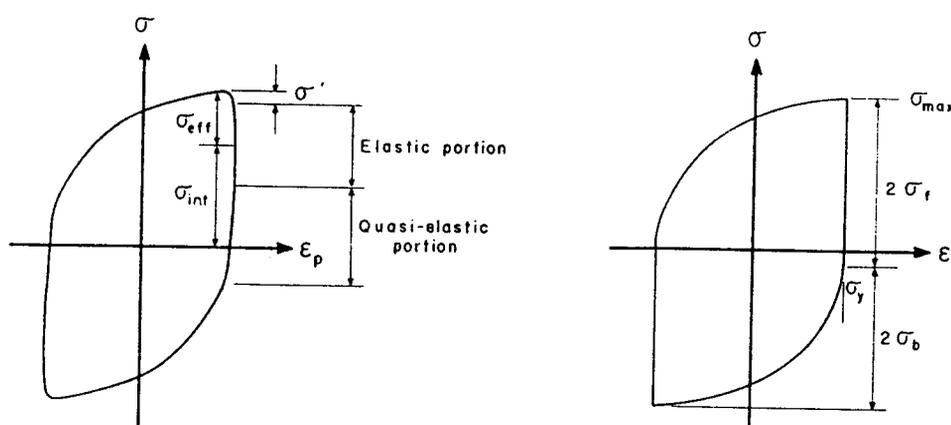


Figure A7 : décomposition de la boucle d'hystérésis d'après HANDFIELD et DICKSON et comparaison avec la méthode de KUHLMANN-WILSDORF et LAIRD

Notons que la méthode de HANDFIELD et DICKSON est tout à fait cohérente avec celle de KUHLMANN-WILSDORF et LAIRD quant aux valeurs définies sur la boucle. Les deux techniques donnent des valeurs qui ne diffèrent que de  $\sigma'$  à condition de considérer la même valeur de la contrainte donnant la microplasticité. La méthode HANDFIELD-DICKSON semble mieux appropriée quand une détermination absolue de la contrainte effective est recherchée ou quand les portions élastiques sont petites.

## Analyse des boucles d'hystérésis enregistrées en cours de fatigue à 77K et à 300K

### Détermination des critères de mesures

Les boucles d'hystérésis ont été enregistrées à l'aide d'un microordinateur de marque BFM. Ce développement du système informatique s'est effectué sous la direction de G. DEGALLAIX et le détail du système d'acquisition est développé dans sa thèse d'habilitation [5].

La bonne qualité d'enregistrement des boucles dépend du nombre de points suivant laquelle elle est numérisée. Nos boucles d'hystérésis sont digitalisées en 120 couples de points ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ).

La partie élastique qui sera reportée sur les boucles est bâtie à partir de la mesure du module d'YOUNG relevée au premier quart de cycle.

Enfin, le point de décollement est déterminé graphiquement. Il correspond au point où la partie de la boucle est distante de 0.5 mm de la pente élastique, ce qui correspond à un écart de déformation de 0.0065%. Les contraintes sont ainsi estimées à  $\pm 20$  MPa.

La figure A8 schématise la mesure du module d'YOUNG au premier quart de cycle ainsi que le relevé du point de décollement donnant accès aux contraintes internes et effectives.

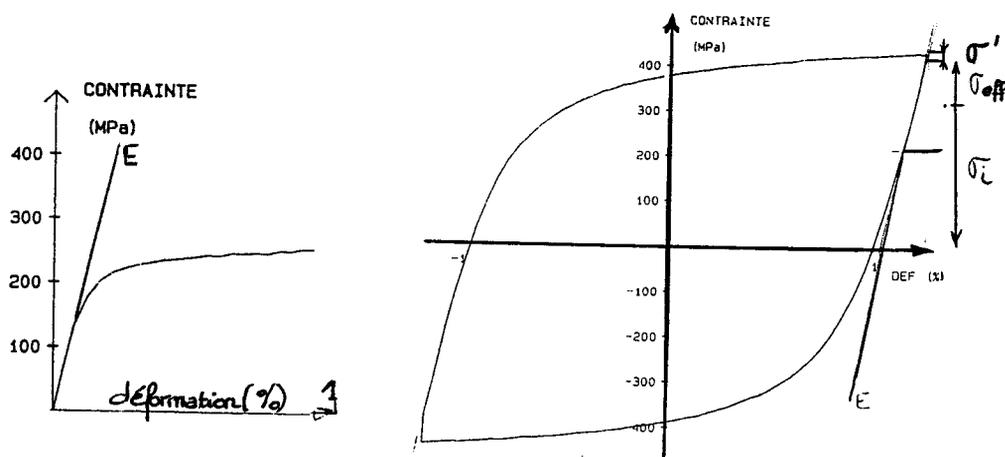


Figure A8 : mesure du module d'YOUNG et détermination de la contrainte interne et de la contrainte effective

Nous avons appliqué les deux méthodes à la détermination des contraintes internes et effectives en fonction du nombre de cycles dans les aciers 316L et 316LN pour les essais menés à 77K et à 300K pour une variation de déformation totale  $\Delta\epsilon_t = 2.5\%$ .

Les résultats prouvent une bonne cohérence des deux méthodes. La figure A9 montre bien que les deux méthodes conduisent sensiblement à la même valeur de la contrainte interne et de la contrainte effective de l'acier 316L pour l'essai mené à 300K. Dans cet exemple, la valeur du module d'YOUNG mesurée d'après le pente du premier quart de cycle est de 196 000 MPa. Elle est en accord avec une autre méthode qui consiste à évaluer le module d'YOUNG à partir d'enregistrements de boucles d'hystérésis obtenues à très faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_t = 0.04\%$ ) [6]. Au cours de cette étude, nous avons arrêté le cyclage, démonté l'éprouvette des mors de la machine et pratiqué un test de relaxation à décharges incrémentales sur une machine à vis. Les contraintes interne et effective obtenues avec ce dernier essai confirmaient celles obtenues d'après les boucles d'hystérésis [6].

Enfin, il est clair qu'ignorer  $\sigma'$  tend à surestimer les valeurs de contrainte effective.

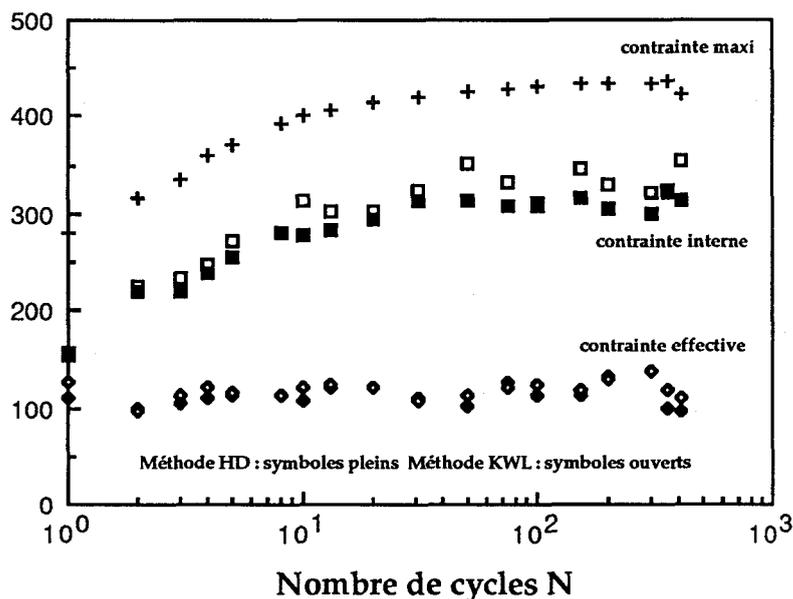


Figure A9 : comparaison entre la méthode de HANDFIELD et DICKSON (HD) et la méthode de KUHLMANN-WILSDORF et LAIRD (KWL) sur la détermination des contraintes internes et effectives dans l'acier 316L cyclé à 300K et à  $\Delta\epsilon_t=2.5\%$

La cohérence entre les deux méthodes n'est évidemment observée qu'à condition d'appliquer le même critère de plasticité. Ainsi, DEGALLAIX [7] préfère utiliser un critère de macroplasticité plutôt que de microplasticité. La pente élastique est donc inclinée de manière différente et le point de décollement de la boucle donne forcément des valeurs de contrainte effective plus élevées si le module d'YOUNG apparent de l'éprouvette diminue et des valeurs de contraintes effective plus faibles dans le cas contraire. Ceci explique que la contrainte effective dans l'acier 316LN déterminée par notre analyse est de l'ordre de 140 MPa (au cours des 20 premiers cycles) alors que DEGALLAIX [7] obtient environ 240 MPa.

#### **Intérêt de la décomposition de la contrainte d'écoulement :**

La décomposition de la contrainte d'écoulement en contraintes interne et effective permet d'attribuer certaines particularités de l'évolution de cette contrainte d'écoulement au cours du cyclage. C'est le cas où le matériau présente des phases de durcissement et d'adoucissement comme l'acier 316LN ou le laiton 70/30 [8].

Par exemple, BOUTIN et al [8] constatent que l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles du laiton 70/30 présente à 300K une phase de durcissement suivie d'une phase d'accommodation avant d'atteindre la saturation à forte amplitude de déformation. En décomposant la contrainte d'écoulement en contraintes interne et effective, BOUTIN et al [8] attribuent l'adoucissement cyclique observé dans le laiton 70/30 à une diminution de la contrainte interne et une augmentation de la contrainte effective.(figure A10).

Cette décomposition montre que l'origine de cette singularité peut être différente d'un matériau à l'autre même si le mode de glissement est semblable comme cela a été discuté au chapitre 3.

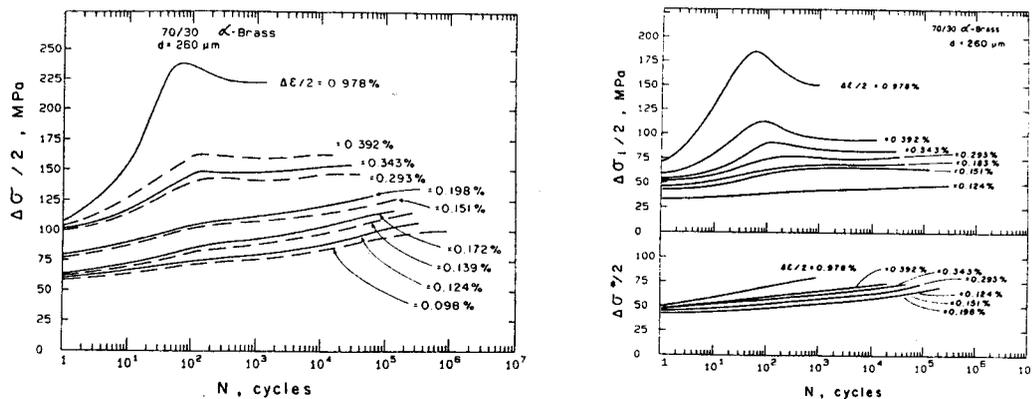


Figure A10 : interprétation de l'adoucissement cyclique observé dans le laiton [8] à l'aide des contraintes interne et effective

En conclusion, les contraintes internes et effectives peuvent être extraites raisonnablement des boucles d'hystérésis à condition de consacrer un soin particulier à l'enregistrement des boucles et de connaître le module d'YOUNG du matériau. Enfin, il convient de choisir correctement le début de microplasticité à partir de la pente élastique déduite du module d'élasticité du matériau et non pas à partir du module d'élasticité apparent de l'éprouvette.

## REFERENCES

1- -V.I. DOTSENKO

*Stress relaxation in crystals*

Physica Status Solidi, 1979, pp. 11-43

2 - S.R. Mac EWEN, O.A. KUPCIS and B . RAMASWAMI

*An investigation of an incremental unloading technique for estimating internal stresses*

Scripta Metallurgica, Vol. 3, 1969, pp. 441-448

3 - D. KUHLMANN-WILSDORF and C LAIRD

*Dislocation behaviour in fatigue : friction stress and back stress as inferred from an analysis of hysteresis loops*

Material Science and Engineering, Vol. 37, 1979, pp. 111-120

4 - J.I. DICKSON, J. BOUTIN and L. HANDFIELD

*A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses*

Materials Science and Engineering, Vol. 64, 1984, L7-L11

5 - G. DEGALLAIX

*Fatigue oligocyclique des aciers inoxydables. Modélisation du comportement anisotherme*

Thèse d'habilitation à diriger des recherches, Université de LILLE, 1990

6 - J.-B. VOGT, M. BERNARD and J.I. DICKSON

*Travaux non publiés,*

Ecole Polytechnique de Montréal, 1984

7 - S. DEGALLAIX

*Role de l'azote interstitiel et combiné sur le comportement en plasticité cyclique et monotone d'aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12*

Thèse de doctorat es sciences physiques, Université de LILLE, 1986

8 - J. BOUTIN, J.I. DICKSON and J.-P. BAILON

*The cyclic deformation of 70/30  $\alpha$  brass : internal and effective stresses and dislocation substructures*

Compte rendu de la conférence "Time-dependent fracture" édité par A.S. KRAUSZ, Martinus Nijhoff Publishers, 1985, pp. 13-26

**PUBLICATIONS RELATIVES AU SUJET**



## PUBLICATIONS RELATIVES AU SUJET

M. BERNARD, J.-B. VOGT, T. BUIQUOC and J.I. DICKSON  
"Low cycle fatigue behavior and cumulative damage effect of 316 stainless steel at 20 °C, 427°C and 650°C  
Proc. 2nd Int. Conf. on FATIGUE AND FATIGUE THRESHOLDS "FATIGUE 84"  
C.J. BEEVERS (Edit.), Vol. II p. 1029 - 1038, EMAS 1984  
BIRMINGHAM ( Grande-Bretagne) 3-7 Septembre 1984

G. L'ESPERANCE, J.-B. VOGT and J.I. DICKSON  
"Orientation of dipolar walls in cyclically deformed 316 stainless steel"  
Proc. 7th Int. Conf. on STRENGTH OF METALS AND ALLOYS "ICSMA - CIRMA 7"  
H.J. MAC QUEEN, J.-P. BAILON, J.I. DICKSON, J.J. JONAS and M.G. AKBEN (Edit.)  
Vol. II p. 1423 - 1428, Pergamon Press 1985  
MONTREAL (Canada) 12-16 Août 1985

G. L'ESPERANCE, J.-B. VOGT and J.I. DICKSON  
"The identification of labyrinth wall orientation in cyclically deformed 316 stainless steel"  
Materials Science and Engineering Vol. 79 n°2 1986 p. 141 - 147

J.I. DICKSON, S. TURENNE, J.-B. VOGT and J.-P. BAILON  
"Formation of extrusions and intrusions in copper and a mild steel"  
Proc. 7th Int. Conf. on STRENGTH OF METALS AND ALLOYS "ICSMA - CIRMA 7"  
H.J. MAC QUEEN, J.-P. BAILON, J.I. DICKSON, J.J. JONAS and M.G. AKBEN (Edit.)  
Vol. II p. 1237 - 1242, Pergamon Press 1985  
MONTREAL (Canada) 12-16 Août 1985

J.I. DICKSON, S. TURENNE, J.-P. BAILON and J.-B. VOGT  
"The formation of ribbon -like extrusions and intrusions during the cyclic deformation of copper"  
Proc. Conf. on LOW CYCLE FATIGUE AND ELASTO-PLASTIC BEHAVIOUR OF MATERIALS  
K.-T. RIE (Edit.) p. 43 - 48, Elsevier Applied Science 1987  
MUNICH (R.F.A.) 7-11 Septembre 1987

S. DEGALLAIX, J.-B. VOGT ET J. FOCT  
"Influence de la teneur en azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques"  
Mémoires et Etudes Scientifiques de la Revue de Métallurgie  
Vol. 11 Novembre 1982 p. 619 - 633

J.-B. VOGT, S. DEGALLAIX and J. FOCT  
"Low cycle fatigue enhancement of 316L stainless steel by nitrogen alloying"  
International Journal of Fatigue Vol. 6 Octobre 1984 p. 211 - 215

J. DHERS, J. FOCT and J.-B. VOGT

"Influence of nitrogen content on fatigue crack growth rate at 77K and 293K of a 316L steel"

Proc. Conf. on HIGH NITROGEN STEELS "HNS 88"

J. FOCT and A. HENDRY (Edit.) . p. 199 - 203, The Institute of Metals 1989

LILLE (France) 18-20 Mai 1988

J.-B. VOGT, J. FOCT and J. DHERS

"Influence of nitrogen on low temperature stress-induced martensitic transformation in 316L stainless steel and its consequences on the mechanical behavior"

Proc. Conf. on THE MARTENSITIC TRANSFORMATION IN SCIENCE AND TECHNOLOGY

E. Hornbogen and N. Jost (Edit) p.481-486, DGM Informationsgesellschaft 1989

BOCHUM (R.F.A.) 9 & 10 Mars 1989

J.-B. VOGT, J.FOCT and J.-O. NILSSON

"Low temperature fatigue of a high nitrogen austenitic steel"

Scandinavian Journal of Metallurgy, Vol. 19, 1990, pp. 273-277

J.-B. VOGT, J. FOCT, C. REGNARD, G. ROBERT and J. DHERS

"Low temperature fatigue of 316L and 316LN austenitic stainless steels"

A paraître dans Metallurgical Transactions

J.-B. VOGT, T. MAGNIN and J. FOCT

"The effect of nitrogen on the early stage of low cycle at low temperature in 316L stainless steel"

Proc. Conf. on HIGH NITROGEN STEELS HNS 90

G. Stein and H. Witulski (Edit) p. 47-51, Verlag Stahleisen 1990

AACHEN (R.F.A.) 10-12 Octobre 1990

J.-B. VOGT, T. MAGNIN and J. FOCT

"Factors influencing planar slip during fatigue in FCC stainless steels"

Proc. 4th Int. Conf. on FATIGUE and FATIGUE THRESHOLDS "FATIGUE 90"

H. KITAGAWA and T. TANAKA (Edit) p.87-92, MCE Publications 1990

HONOLULU (Hawaii) 15-20 Juillet 1990

## RESUME

Les aciers inoxydables connaissent actuellement un nouvel essor grâce au développement de nouvelles nuances à très forte teneur en azote (jusque 1% massique) dont la résistance mécanique est nettement supérieure à celle des aciers conventionnels. L'objectif est d'analyser le rôle de l'azote interstitiel sur la plasticité cyclique des aciers inoxydables austénitiques, en particulier vers les basses températures, puis d'étudier les paramètres contrôlant le mode de glissement des dislocations dans ce type d'acier. Une étude préalable de l'évolution des structures de dislocations engendrées par fatigue en fonction de la température dans l'acier 316 sans azote est menée : le rôle du glissement dévié est mis en évidence par la formation des arrangements de dislocations, discutée de manière approfondie grâce aux observations en microscopie électronique à transmission. L'azote instaure du glissement plan à 300K, origine d'une bonne tenue à la fatigue, par des effets d'ordre à courte distance et de contraintes effectives élevées. A 77K, la plasticité cyclique est accommodée par les fautes d'empilement, puis par la martensite  $\epsilon$  dans les aciers à forte teneur en azote. De cette analyse, les paramètres favorisant le glissement plan sont déduits. L'énergie de défaut d'empilement n'est pas le seul facteur à considérer. Un ordre à courte distance et des contraintes effectives élevées diminuent les possibilités de glissement dévié.

## MOT-CLES

azote interstitiel - acier inoxydable austénitique - transformation martensitique - fatigue oligocyclique - fatigue à basse température - structure de dislocations - mode de glissement des dislocations

## ABSTRACT

### INFLUENCE OF NITROGEN INTERSTITIAL AND TEMPERATURE ON FATIGUE DISLOCATION STRUCTURES OF AUSTENITIC STAINLESS STEELS

With the recent development of the process of high nitrogen steel making, stainless steels are now attracting a new interest due to the better mechanical resistance in comparison with conventional steels. The aim of the thesis is first to analyse the role of nitrogen interstitial on the cyclic plasticity of austenitic stainless steel, especially at low temperature, and then to determine parameters controlling the dislocation slip mode in this kind of steels. Evolution of fatigue dislocation structures with test temperature in 316 stainless steel is first considered : the role of cross slip is demonstrated from a focussed discussion of the dislocation arrangements observed by transmission electron microscopy. Nitrogen induces planar slip at 300K, giving rise to a good fatigue resistance, through short range order and high effective stress effects. At 77K, the cyclic plasticity in high nitrogen steels is accommodated by stacking faults and then by  $\epsilon$  martensite. Factors promoting planar slip are thus discussed : stacking fault energy is not the only factor to be considered, short range order and high effective stresses strongly contribute to restrict cross slip.

### KEY WORDS

nitrogen interstitial - austenitic stainless steel - martensitic transformation - low cycle fatigue - low temperature fatigue - dislocation structure - dislocation slip mode

