

REMERCIEMENTS

Ce travail a été conduit au Laboratoire de Mécanique de Lille, dans l'équipe "Mécanique et Matériaux" de l'Ecole Centrale de Lille.

Je remercie profondément les Professeurs Mme S. DEGALLAIX et Mr G. DEGALLAIX de m'avoir accueilli au sein de leur équipe pour la réalisation de ce travail, pour les conseils qu'ils m'ont prodigués tout au long de la présente étude et pour la confiance qu'ils m'ont toujours témoignée.

Je tiens à remercier Mr DEGALLAIX d'avoir accepté la présidence de ce jury.

J'exprime, tout particulièrement, ma profonde gratitude à Mme DEGALLAIX pour m'avoir guidé dans le déroulement de ce travail, pour sa compétence, sa disponibilité et sa gentillesse, ainsi que pour son aide à la rédaction de ce mémoire.

Je tiens à remercier Mr J. POLAK, Professeur à l'Institut de Métallurgie Physique de l'Académie des Sciences de Brno (République Tchèque), pour sa collaboration et l'intérêt qu'il a porté à ce travail d'une part, et pour avoir accepté de faire partie de ce jury d'autre part.

Je remercie également Mr J.-O. NILSSON, Docteur Ingénieur au Centre R & D de Sandvik (Suède) pour sa collaboration et pour avoir accepté de faire partie du jury.

Je remercie vivement Mr T. MAGNIN, Professeur à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, et Mr C. PRIOUL, Professeur à l'Ecole Centrale de Paris, d'avoir bien voulu examiner ce travail dans de brefs délais, et en être rapporteurs.

Je remercie également Mr J.-B. VOGT, Professeur à Lille 1, d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Je tiens à remercier également tous les membres du Laboratoire pour leur sympathie.

Je remercie très chaleureusement Mme N. SEDDOUKI pour l'encouragement et le soutien moral qu'elle m'a apportés tout au long de ce travail, sans oublier de saluer tout particulièrement mes filles Assia (3 ans) et Soumaya (1 an) ainsi que mes parents qui m'ont toujours soutenu dans mes études.

Enfin, j'exprime mes remerciements à Mr M. VANGREVENINGE pour l'impression de ce document.

I.2.2 - Déformation plastique cyclique.....	56
I.2.2.1 - Influence de la structure	57
I.2.2.1.1 - Structure CFC	57
I.2.2.1.1 - Structure CC	62
I.3 - Conclusions.....	65
Chapitre II : Etude expérimentale.....	66
II.1 - Matériaux étudiés.....	67
II.1.1 - Compositions chimiques.....	67
II.1.2 - Désignation	68
II.1.3 - Traitement thermique.....	69
II.1.4 - Microstructures	69
II.1.4.1 - Identification des phases	70
II.1.4.2 - Evaluation des teneurs en austénite et en ferrite	70
II.2 - Dispositif Expérimental.....	73
II.2.1 - Machine d'essai.....	73
II.2.2 - Mors d'amarrage	74
II.2.3 - Dispositifs de mesures	75
II.2.3.1 - Capteur de force.....	75
II.2.3.2 - Capteur de déformation.....	75
II.3 - Conditions expérimentales.....	77
II.3.1 - Eprouvettes	77
II.3.2 - Essais de traction monotone	80
II.3.3 - Essais de fatigue oligocyclique.....	80
II.3.3.1 - Mode opératoire	80
II.3.3.2 - Critères de rupture	82
II.4 - Moyens d'observation.....	84

II.4.1 - Microscope Optique	84
II.4.2 - Microscope Electronique à Balayage	84
II.4.3 - Microscope Electronique en Transmission	85
II.5 - Résultats expérimentaux	85
II.5.1 - Traction monotone.....	85
II.5.2 - Fatigue oligocyclique.....	89
II.5.2.1 - Evolution des contraintes.....	89
II.5.2.2 - Ecouissage cyclique.....	95
II.5.2.3 - Résistance à la fatigue	95
Chapitre III : Discussion et interprétation.....	100
III.1 - Comportement mécanique macroscopique.....	101
III.1.1 - Comportement en Traction monotone	101
III.1.1.1 - Courbes de traction monotone	101
III.1.1.2 - Courbes d'écrouissage monotone	106
III.1.2 - Comportement en fatigue oligocyclique.....	110
III.1.2.1 - Evolution des contraintes au cours du cyclage.....	110
III.1.2.2 - Ecouissages cyclique et monotone	116
III.1.2.3 - Résistance à la fatigue	119
III.2 - Endommagement par fatigue oligocyclique.....	122
III.2.1 - Morphologie des bandes de glissement	122
III.2.2 - Influence du niveau de déformation	125
III.2.2.1 - Endommagement à bas niveau de déformation	125
III.2.2.2 - Endommagement à haut niveau de déformation	127
III.2.2.3 - Endommagement au niveau moyen de déformation.....	129
III.2.3 - Sites d'amorçage des microfissures	132
III.2.3.1 - Phase ferritique.....	132
III.2.3.2 - Phase austénitique.....	133
III.2.3.3 - Autres sites d'amorçage	134

III.2.4 - Observations de fissures secondaires	135
III.2.5 - Interprétation	139
III.3 - Analyse des microstructures de déformation.....	141
III.3.1 - Structures de dislocations dans la phase ferritique	141
III.3.2 - Structures de dislocations dans la phase austénitique	148
III.3.3 - Conclusion.....	152
Conclusion générale.....	153
Références	156

Introduction générale

Les aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques (20-27% de chrome, 4-8% de nickel avec addition de molybdène) sont utilisés, depuis de nombreuses années, dès que l'on recherche une haute résistance mécanique combinée à une excellente résistance à la corrosion. Ces aciers ont été découverts dans les années 30 dans divers laboratoires et aciéries, lors d'essais de corrosion intergranulaire.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont formés d'un agrégat d'austénite γ et de ferrite α . Ces aciers présentent certaines des propriétés mécaniques des aciers austénitiques, dont ils conservent en particulier la ductilité, et certaines des aciers ferritiques, dont ils gardent le haut niveau de résistance mécanique. Comparativement aux aciers inoxydables austénitiques standard, ces aciers présentent une limite d'élasticité deux à trois fois supérieure, et un rapport qualité/prix attrayant, grâce à leur faible teneur en nickel. Par conséquent, ces aciers apparaissent comme une alternative intéressante aux aciers inoxydables austénitiques, dans les installations fortement sollicitées.

Ces aciers ont également une très bonne résistance à la corrosion dans divers environnements, en particulier dans les milieux chlorurés.

Leurs très bonnes caractéristiques mécaniques jointes à leur très bonne résistance à la corrosion leur ont permis de trouver d'importantes applications industrielles (industries chimiques et pétrochimiques, ...).

Ces aciers duplex ont connu, par ailleurs, une évolution importante en particulier par addition d'azote. L'azote, fortement concentré dans la phase austénitique des aciers duplex, permet d'améliorer à la fois leurs propriétés mécaniques, leurs propriétés structurales et leurs propriétés en corrosion et en soudage.

L'influence de l'azote sur le comportement en traction monotone et en fatigue plastique oligocyclique, à température ambiante et à haute température, d'aciers inoxydables austénitiques type Z2 CND 17-12 alliés ou non à l'azote, a précédemment été étudiée par des membres du Laboratoire. Les résultats mis en évidence ont conduit à nous orienter vers de nouvelles études sur l'effet de l'azote sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables duplex à température ambiante.

Très peu d'études publiées à ce jour portent sur la fatigue oligocyclique des aciers duplex, et aucune, à notre connaissance, sur l'influence de l'azote sur le comportement en fatigue oligocyclique de ces mêmes aciers.

L'objectif de ce travail est d'étudier les mécanismes d'endommagement en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austéno-ferritiques alliés à l'azote, et tout particulièrement d'étudier l'influence de l'azote sur ces mécanismes d'endommagement.

Le présent rapport se compose de trois chapitres :

- le premier chapitre, est consacré à une étude bibliographique des propriétés des aciers inoxydables duplex α/γ (propriétés métallurgiques, en corrosion, mécaniques et en soudage) et de leur comportement mécanique cyclique et monotone. En particulier, sera traité le rôle de l'azote en solution solide interstitielle dans les aciers duplex, en prêtant une attention particulière à son effet dans les aciers inoxydables austénitiques. Ainsi, ce chapitre nous permet de réaliser une synthèse des connaissances qui seront à la base de notre compréhension des mécanismes d'endommagement en fatigue plastique oligocyclique des aciers duplex;

- dans le second chapitre sont décrits les matériaux étudiés, la procédure expérimentale adoptée, en traction monotone et en fatigue oligocyclique, et les résultats expérimentaux des essais réalisés;

- enfin, le dernier chapitre a pour objectif d'interpréter et de discuter les comportements en traction monotone et en fatigue oligocyclique des aciers étudiés, et en particulier le rôle de l'azote, à la lumière des résultats d'essais, des observations de l'endommagement de surface réalisées au Microscope Electronique à Balayage, et des observations des sous-structures de dislocations réalisées au Microscope Electronique en Transmission.

Enfin, une conclusion résumera les principaux résultats mis en évidence par la présente étude.

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1 - Les aciers inoxydables duplex

I.1.1 - Introduction

Les aciers inoxydables duplex sont ainsi nommés en raison de leur structure biphasée. Ces aciers sont des aciers inoxydables austéno-ferritiques constitués d'une phase austénitique γ et d'une phase ferritique α . Ces aciers ont été découverts il y a une soixantaine d'années, de manière fortuite.

Lors d'essais de corrosion intergranulaire sur des aciers inoxydables austénitiques 18-8, effectués dans les laboratoires d'Unieux des anciens Etablissements de Jacob Heltzer, on constata que certaines éprouvettes résistaient mieux à la corrosion intergranulaire que d'autres [Hochmann et al., 1977]. L'analyse de ces éprouvettes révéla une teneur en chrome anormalement élevée, et que ces éprouvettes étaient magnétiques (révélant ainsi existence d'une certaine teneur en ferrite).

En 1927, Bain et Griffiths avaient déjà montré l'existence des aciers inoxydables austéno-ferritiques sur le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni. En 1932, Payson a rapporté que la sensibilité des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion intergranulaire est réduite par introduction d'une très faible fraction volumique en ferrite.

Ces différentes découvertes indépendantes marquent la naissance des premières nuances d'aciers inoxydables austéno-ferritiques. Néanmoins, le développement et l'utilisation industrielle de ce type d'aciers n'a proprement débuté que vers 1950.

La nuance Z5 CNDU 21-08 est le premier acier inoxydable austéno-ferritique de référence. Cette nuance dérive de l'acier inoxydable austénitique 18-10 par une augmentation de la teneur en chrome et une addition de cuivre, en vue d'améliorer la résistance à la corrosion.

L'évolution des nuances austéno-ferritiques a en particulier favorisé la réduction des teneurs en carbone et en nickel, au bénéfice d'additions d'azote. La nuance Z2 CND 22-05 Az (UNS 31803) s'est alors progressivement imposée comme nuance de base des aciers inoxydables austéno-ferritiques [Desestret et Charles, 1990 ; Lefebvre et Dufrane, 1991]. Cette nuance est équilibrée pour présenter, après un traitement thermique d'hypertrempe à 1050 °C, une structure biphasée 50 % α / 50 % γ ; elle est sans conteste la plus répandue des nuances austéno-ferritiques actuellement utilisées. Cette nouvelle génération d'aciers duplex équilibrés par des additions maîtrisées d'azote interstitiel, obtenue par des techniques

modernes d'élaboration AOD - VOD (ASV), a permis de gagner en stabilité structurale et tenue à la corrosion, tout en améliorant le soudage de ces aciers. Les compositions chimiques ainsi que le pouvoir de résistance à la corrosion par piqûres des principales nuances d'aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques, utilisées en France, sont regroupées dans le tableau I.1 [Charles, 1991 (a)].

Toutes ces propriétés ont fait des aciers duplex des aciers de choix et de qualité. Ainsi, ces aciers ont trouvé d'importantes applications, notamment dans l'industrie chimique, dans l'industrie pétrochimique et dans l'industrie du papier. Les propriétés mécaniques élevées de ces aciers, combinées à leur bonne résistance à la corrosion sous tension et à la fatigue-corrosion, les recommandent également pour la fabrication de pièces de machines en mouvement, telles que rotors de pompes, de compresseurs, de mélangeurs, ainsi que pour les arbres et les soupapes, et plus particulièrement, du fait en particulier de cette bonne résistance à la corrosion sous tension, pour la fabrication des rotors de compresseurs en milieux agressifs, des arbres de bateaux et pour les constructions travaillant en eau de mer et en eaux saumâtres. Du fait de leurs bonnes propriétés de résistance à la corrosion par piqûres dues à des teneurs élevées en chrome et en molybdène, ces aciers sont également recommandés pour les pipelines de gaz naturel, les soupapes et les installations de dessalement d'eau de mer travaillant à température modérée.

L'importance industrielle des aciers inoxydables austéno-ferritiques varie fortement selon le type de produit, moulé, corroyé, forgé ou laminé : très courants en produits moulés, qui constituent la majorité de la production, ces aciers sont encore relativement courants en produits forgés, mais le sont peu en produits longs (barres, tubes, fils) et en produits plats (bandes, larges, tôles).

Le but de ce chapitre est de passer en revue les connaissances actuelles sur les aciers inoxydables duplex α/γ , en particulier concernant leurs propriétés structurales et mécaniques et de discuter de leur comportement en fatigue plastique oligocyclique. On rappellera l'effet de l'azote sur le comportement monotone des aciers duplex, et en particulier son influence sur le comportement cyclique et monotone dans les aciers inoxydables austénitiques, puisque les études sur le rôle de l'azote sur la plasticité cyclique des aciers duplex demeure incomplète voire ignorée jusqu'à présent. Ceci nous permettra de dégager des arguments très utiles à l'explication des mécanismes régissant l'endommagement en plasticité cyclique et monotone des aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques.

Ce chapitre se compose de deux grandes parties. Dans la première partie on présentera les propriétés structurales, de résistance à la corrosion et mécaniques des aciers duplex et le rôle de l'azote dans les aciers inoxydables austénitiques et duplex. La deuxième partie sera consacrée à une étude bibliographique sur les mécanismes d'endommagement en fatigue

oligocyclique de ces aciers, tout en faisant appel aux connaissances acquises sur l'endommagement des monocristaux. Dans l'optique de comprendre et d'expliquer le comportement des aciers duplex, structure biphasée, on présentera séparément dans cette seconde partie, le comportement en fatigue oligocyclique de chacune des deux structures CC et CFC et éventuellement, les différents paramètres qui peuvent avoir une influence sur le comportement de chacune des phases .

Standard	Trade mark	Typical chemical composition					PREN
		Cr	Ni	Mo	N	Others	
UNS S 32304 WNr 1.4362 Z3CN 2304 AZ	SAF 2304 UR 35 N	23	4	.2	.1	-	25
UNS S 32404 Z3CNDU 2107	UR50	21	7	2.5	.07	1.5 Cu	31
UNS S 31500 W Nr 1 4417	3 RE 60 VEW A903	18.5	5	2.7	.07	1.5 Si	23
UNS S 31803 WNr 1 4462 NFA 36209 Z3CND 2205 AZ	UR45N SAF 2205 223 FAL AF22 VS22 ...	22	5.3	3	.16	-	35
UNS S 32900	10 RE 51	25	4.5	1.5	-	-	30
UNS S 31200 WNr 1. 4460	44LN	25	6.2	1.7	.17	-	33
UNS S 31260	N.A.R. DP-3	25	6.5	3	.16	.5Cu.3W	38
UNS S 32550 Z3CNDU2507 AZ	UR52N FERRALIUM 255	25	6.5	3	.18	1.6 Cu	38
UNS (S 32200) Z3CND 2507 AZ	UR47N	25	6.5	3	.18	-	38
	VEW A 905	26	3.7	2.3	.34	6 Mn	39
UNS S32760	ZERON 100	25	7	3.6	.25	.7Cu.7W	41
UNS S32550 Z3CNDU 2506	UR52N ⁺	25	6	3.8	.26	1.5Cu	42
UNS S32750	SAF 2507	25	7	3.8	.27	-	42

Tableau I.1 : Compositions chimiques de différents aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques forgés, d'après [Charles, 1991 (a)].

I.1.2 - Propriétés structurales

Les alliages austéno-ferritiques sont formés d'un agrégat de grains austénitiques γ de structure CFC, et de grains ferritiques α de structure CC. Les fractions volumiques de ces deux phases dépendent non seulement fortement de la composition chimique, mais aussi du traitement thermique. En particulier, plusieurs auteurs [Unnikrishnan et Mallik, 1987 ; Lardon et al., 1988 ; Rouby et Blanchard, 1990 ; Desestret et Charles, 1990 ; Bernhardsson et al., 1981], ont montré que la teneur en ferrite dans les aciers duplex augmente avec l'augmentation de la température d'hypertrempe (figures I.1, I.2 et I.15).

Les aciers inoxydables duplex subissent habituellement un traitement thermique d'hypertrempe, à savoir un maintien à une température de 1000 à 1100 °C suivi d'une trempe à l'eau. Le recuit à des températures plus élevées conduit à des teneurs en ferrite plus élevées [Bernhardsson et al., 1981] ; à la température de 1300-1350 °C, la structure est complètement ferritique. Cela résulte de la forme du diagramme de phase (figure I.3). En conséquence, durant le soudage, les zones affectées thermiquement peuvent être complètement ferritiques, provoquant une chute dramatique de la résilience. Mais si la composition chimique est correctement équilibrée, tout particulièrement par addition d'azote, il y a réformation de l'austénite aux joints de grains ferritiques induisant un équilibre entre les deux phases. Ainsi, la température du traitement thermique doit être rigoureusement choisie.

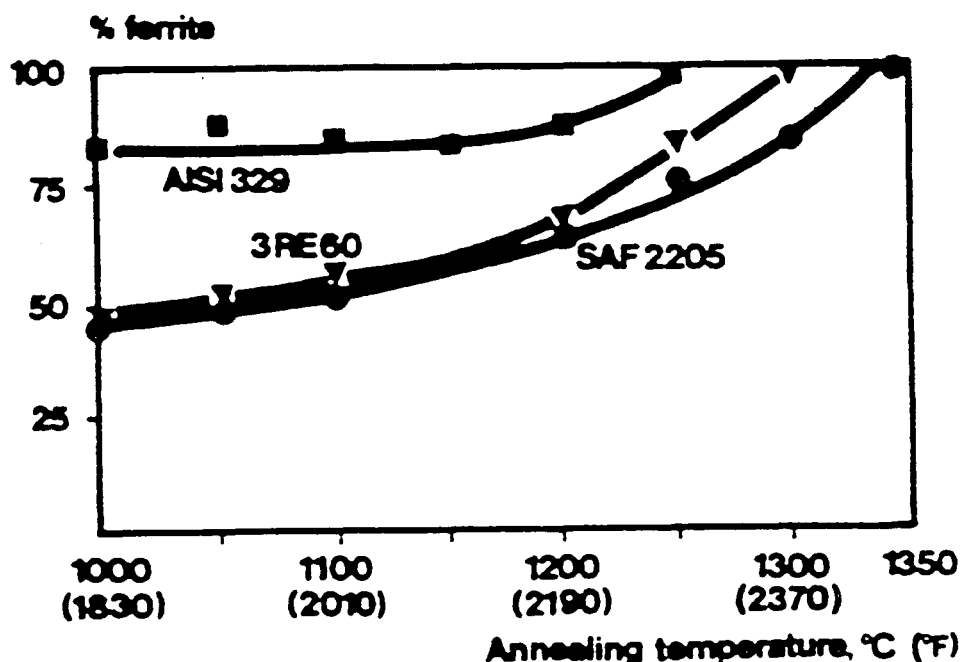


Figure I.1 : Variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe pour trois aciers duplex, d'après [Bernhardsson et al., 1981].

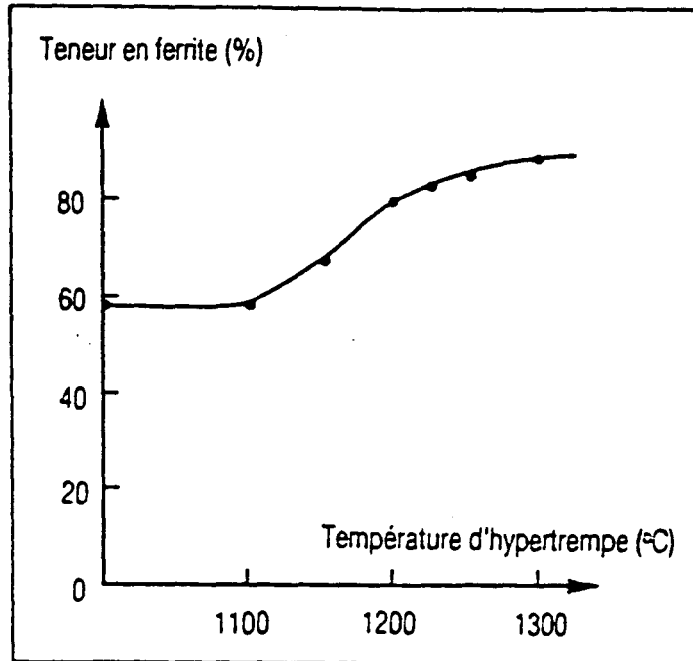


Figure I.2 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe pour l'acier UR 52 N, d'après [Desestret et Charles, 1990].

Les diagrammes ternaires Fe-Ni-Cr, présentés sur les figures I.3 et I.4, montrent l'importance relative des teneurs en nickel et en chrome sur la structure de l'alliage [Pugh et Nisbet, 1950]. On constate qu'une augmentation de la teneur en chrome (figure I.4), à partir d'un point A où la structure est purement austénitique (18 Cr - 10 Ni), fait apparaître une certaine proportion de phase ferritique, donc une structure biphasée (ferrite + austénite), et qu'une nouvelle augmentation de la teneur en nickel restitue la structure austénitique initiale. Néanmoins il faut souligner que le nickel est connu pour être moins efficace que le chrome en ce qui concerne la variation de la teneur en ferrite [Desestret et Charles, 1990].

D'autres éléments contribuent à l'équilibrage de la structure biphasée. Ils sont classés en deux catégories : l'une regroupant les éléments dits γ -gènes (dont le nickel fait partie) favorisant l'apparition de la structure austénitique (CFC), l'autre regroupant les éléments dits α -gènes (dont le chrome) favorisant l'apparition de la structure ferritique (CC). Les pouvoirs gammagènes et alphagènes de ces éléments d'alliage diffèrent d'un élément à l'autre. Par conséquent, leur partition entre les deux phases ne sera pas équilibrée et variera d'un élément à l'autre. Les coefficients de partage entre les phases $\left\{ \frac{x_\alpha}{x_\gamma} \right\}$ de certains éléments typiques comme le Cr, Ni, Mo, Mn et N, trouvés dans la littérature, sont rassemblés dans le tableau I 2.

	Cr	Ni	Mo	Mn	N
$\frac{x_{\alpha}}{x_{\gamma}}$	1,2	0,6	1,6	0,8	0,1

Tableau I.2 : Coefficients de partage entre les phases, de certains éléments typiques, x_{α} et x_{γ} étant respectivement les teneurs en ces éléments dans les phases ferritique et austénitique des aciers duplex type Z2 CND 22-05, d'après [Wahlberg, 1989 ; Desestret et Charles, 1990].

Ces coefficients de partage peuvent être déterminés soit par microanalyse, soit par calculs thermodynamiques qui tiennent compte du pouvoir alphagène ou gammagène de chaque élément d'alliage.

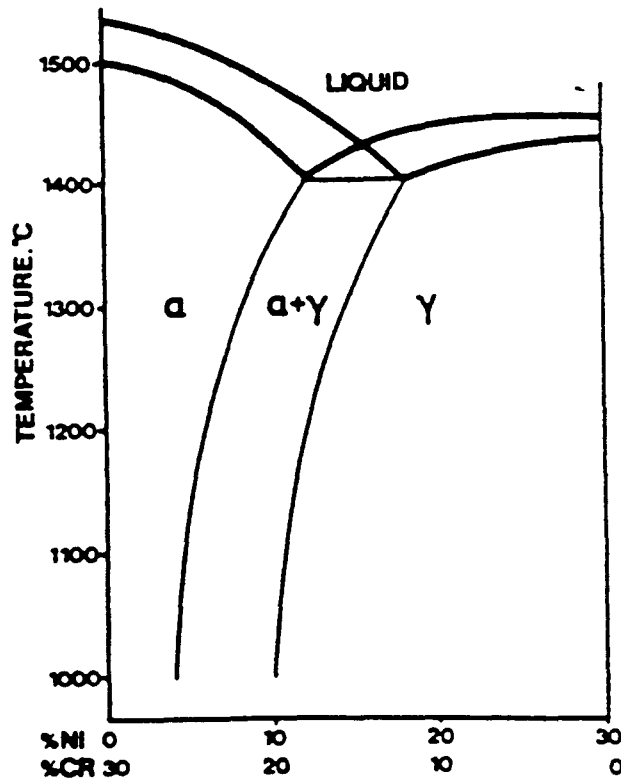


Figure I.3 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 70 % Fe, d'après [Pugh et Nisbet, 1950].

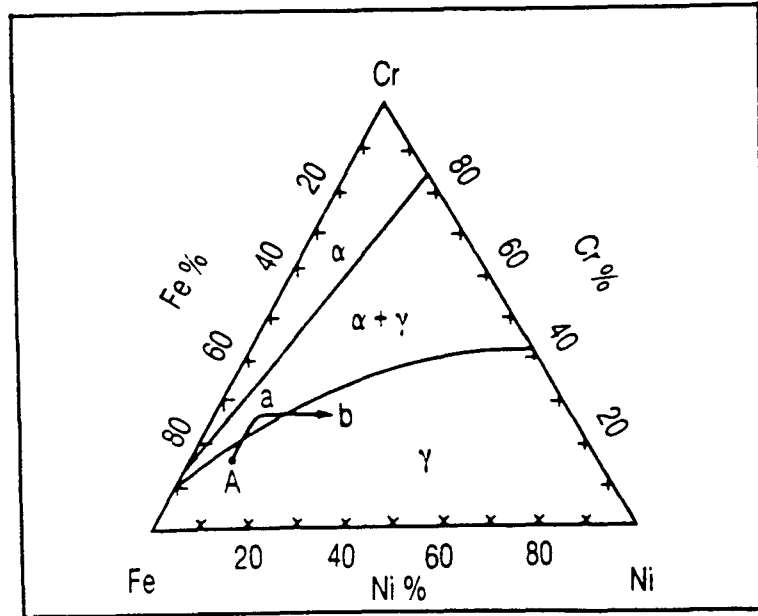


Figure I.4 : Coupe du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 1100 °C. A = Z2 CND 18-10 (structure austénitique) ; a = Z2 CND 25-07 Az (Structure austéno-ferritique ; b = Z2 CNDU 25-05 (structure austénitique), d'après [Pugh et Nisbet, 1950].

Schaeffler (1949) fut le premier à affecter à chaque élément un coefficient qui représente son pouvoir gammagène (ou alphagène) de stabilisation de l'austénite (ou de la ferrite). Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel, éléments respectivement alphagène et gammagène, auxquels sont attribués arbitrairement les coefficients 1. Ces coefficients d'équivalence permettent de définir des teneurs en Ni équivalent et en Cr équivalent (en pourcentages massiques) :

$$\text{Ni équivalent} = \% \text{ Ni} + 30 \% \text{ C} + 0,5 \% \text{ Mn}$$

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

Ainsi, il a établi un diagramme pour calculer le taux de ferrite dans les structures soudées des aciers inoxydables austénitiques. Néanmoins ce diagramme ne tient pas compte de l'effet gammagène de l'azote. Delong [1956] a ensuite modifié ce diagramme pour tenir

compte d'une présence possible d'azote (élément gammagène) et accorde un coefficient de 30 à l'azote :

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

La figure I.5 montre l'influence de ces équivalents chrome et nickel sur la structure de l'alliage, et montre également la position relative de quelques aciers de structure duplex [Bernhardsson et al., 1981].

La figure I.6 montre, pour un alliage duplex, l'évolution de la teneur en ferrite en fonction des éléments d'alliage pour les températures d'hypertrempe de 1050 et 1150 °C. Après mise en solution à 1050-1100 °C, la structure biphasée, exempte de précipitation, se compose d'environ 50% de ferrite et 50% d'austénite. Cette structure se maintient à haute température avec des additions d'azote, en reportant à plus haute température encore la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Les alliages inoxydables austéno-ferritiques présentent de nombreuses évolutions structurales par traitements anisothermes et isothermes. Celles-ci concernent essentiellement la phase ferritique, car les vitesses de diffusion sont beaucoup plus élevées dans cette phase que dans la phase austénitique, de par sa plus faible compacité, et d'autre part cette phase ferritique présente un enrichissement en chrome et en molybdène, éléments alphagènes, constituants privilégiés des phases intermétalliques.

Ces aciers peuvent, par ailleurs, devenir rapidement sensibles à la corrosion intercrystalline après traitement thermique à des températures supérieures à 600 °C, du fait de l'appauvrissement en chrome au voisinage des joints de grains, dû à la précipitation de carbures.

Schaeffler diagram

$$\text{Nickel Equivalents} = \%N + 30 \times \%C + 30 \times \%N + 0.5 \times \%Mn$$

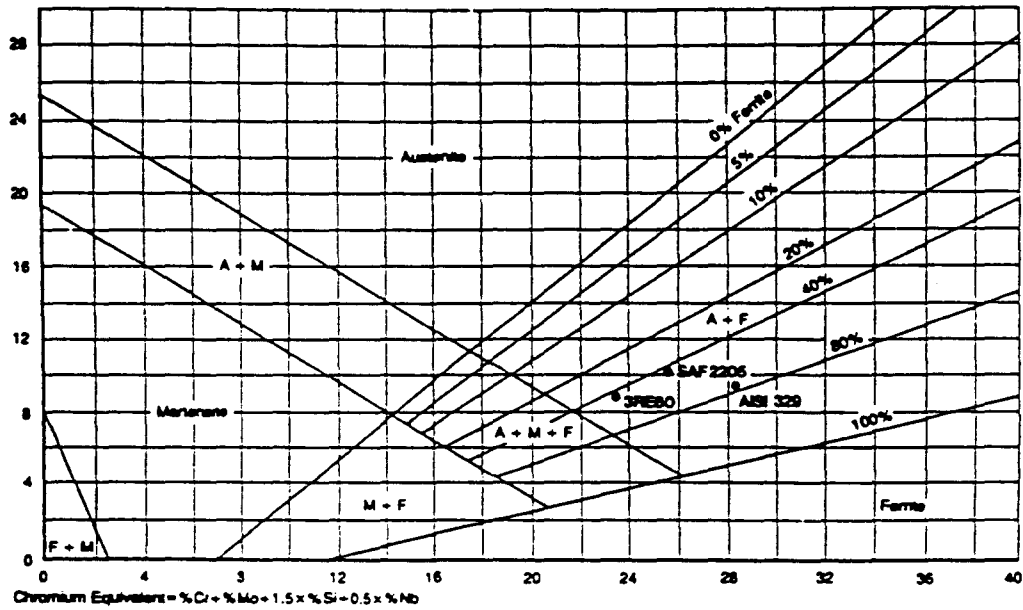


Figure I.5 : Position de certains aciers duplex dans le diagramme de Schaeffler modifié, d'après [Bernhardsson et al., 1981].

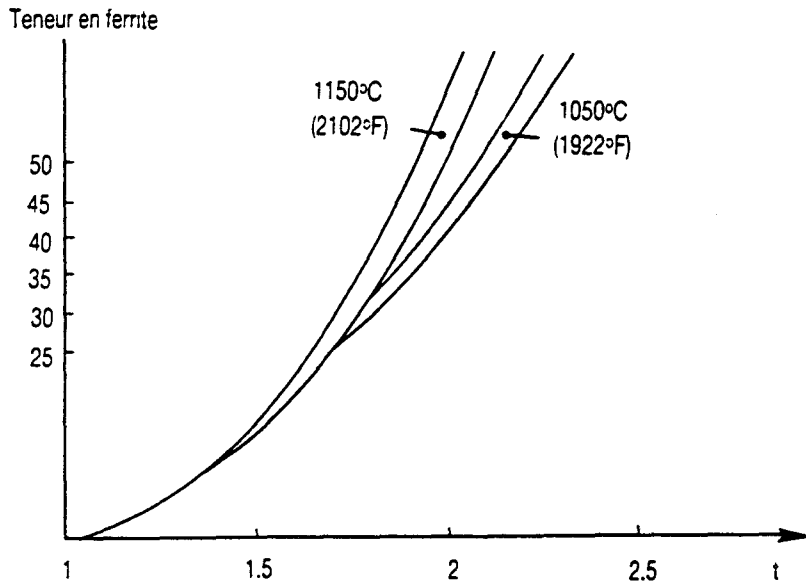


Figure I.6 : Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la composition chimique de l'alliage pour les températures d'hypertrempe 1050 °C et 1150 °C,
 $t = \frac{Cr + 2 Mo + 1,5 Si + 3 Al - 5}{Ni + 0,5 Cu + 15 C + 2 + X}$ et $X = (100 N + 8) (N - 0,3 (V + Ti) - 0,04 Nb)$
 d'après [Desestret et Charles, 1990].

Néanmoins, l'utilisation de ces aciers reste limitée pour deux raisons : 1) il apparaît, dans les structures soudées, une chute de résilience importante dans les zones affectées thermiquement, due à une transformation ferritique pratiquement totale ; 2) la phase ferritique a tendance à se fragiliser après traitement thermique, par précipitation dans l'intervalle de température 350-550 °C [Wahlberg et al., 1989 ; Desestret et Charles, 1990 ; Charles, 1991 (a) et (b) ; Nilsson, 1992] et dans l'intervalle 600-900 °C, par précipitation de carbures riches en chrome et de phase sigma, composé intermétallique fragile contenant plus de 50 % de Cr ; ces précipités apparaissent après des temps de maintien très courts [Desestret et Charles, 1990]. La précipitation des différents carbures en fonction de la température et du temps de maintien est illustrée sur la figure I.7 pour un alliage duplex α/γ à 22 % Cr 5 % Ni - 3 % Mo - 0,16 %N (UR45).

La présence d'azote, en solution solide interstitielle dans l'austénite, retarde sensiblement la précipitation de carbures en réduisant la diffusivité du carbone et du chrome, ce qui, en combinaison avec l'abaissement de la teneur en carbone (0,03% max) confère à l'acier duplex une excellente résistance à la corrosion intercrystalline, même après un maintien critique dans l'intervalle de température de 600 à 950 °C [Document Thyssen].

En effet, Wahlberg et al. (1989) ont étudié deux aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques (types 22 % Cr - 7 % Ni - 3 % Mo et 21,8 % Cr - 4,5 % Ni - 3 % Mo) alliés à 0,05 et 0,2 % d'azote respectivement, à l'état hypereffé et à l'état vieilli pendant 100 heures à 500 °C. Il ont constaté que la microdureté de la phase ferritique augmente considérablement et plus rapidement dans l'acier le moins chargé en azote (figure I.8). En revanche, la microdureté de la phase austénitique reste sensiblement constante avec la variation du temps de maintien. Ceci s'explique par le fait que toutes les modifications structurales ont lieu essentiellement dans la phase ferritique.

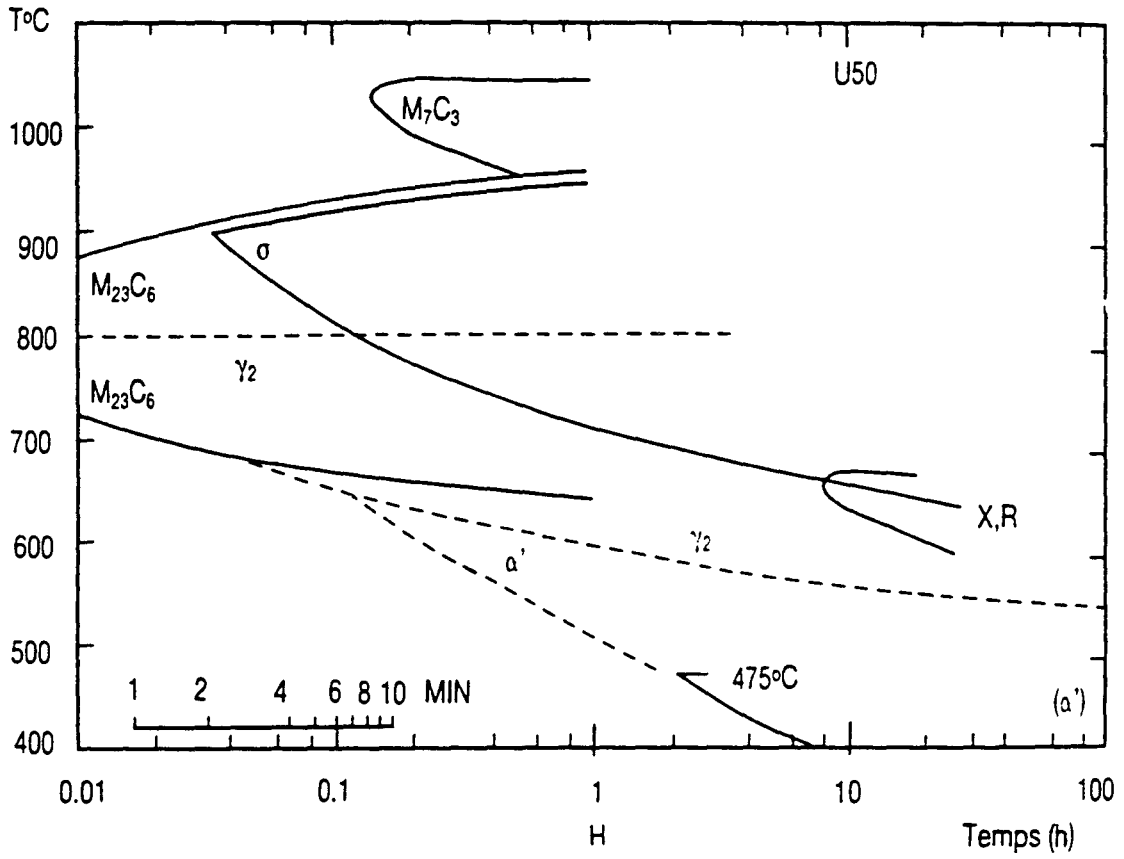


Figure I.7 : Courbes TTT de l'alliage Uranus 50, d'après [Solomon et Devine, 1983].

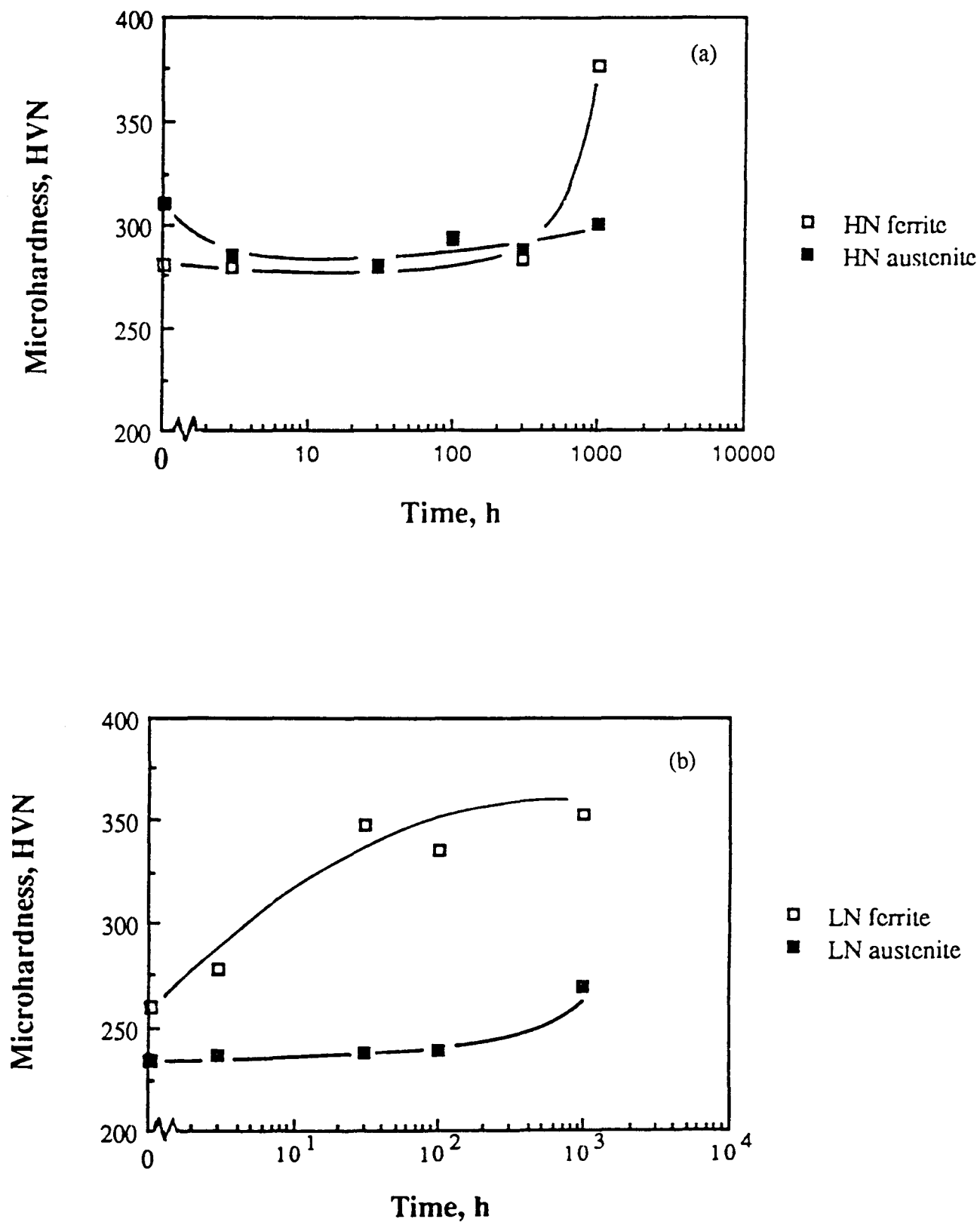


Figure I.8 : Variation de la microdureté dans les phases austénitique et ferritique en fonction du temps de maintien à 500 °C. (a) : Acier HN (0,2 % N), (b) : Acier LN (0,05 % N), d'après [Wahlberg, 1989].

I.1.3 - Résistance à la corrosion

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont fait l'objet d'études très poussées en ce qui concerne leur résistance à la corrosion dans divers environnements [Desestret et Charles, 1990 ; Lardon, 1986 ; Charles, 1991 (a) et (b) ; Bernhardsson et al., 1991 ; Magnin et al. 1988 (a) et (b) ; Foct et al., 1991]. Ces études ont mis en évidence le couplage électrochimique entre les deux phases austénitique et ferritique, la ferrite assurant une protection cathodique de l'austénite [Lardon, 1986]. Grâce à leurs teneurs élevées en chrome, les aciers inoxydables duplex présentent une meilleure résistance à la corrosion comparée aux aciers inoxydables austénitiques standard [Nilsson, 1992]. Grâce à leur bonne résistance à la corrosion (corrosion générale, corrosion par piqûres et corrosion sous contrainte), combinée à leur excellente résistance mécanique, ces aciers sont progressivement utilisés dans des milieux de plus en plus sévères, notamment dans les milieux chlorurés où sont rencontrés des problèmes de corrosion dans de nombreuses applications maritimes et pétrochimiques.

L'addition de Cr, Mo, N, Cu... améliore la résistance à la corrosion des aciers duplex. En particulier, il est bien connu que le chrome, le molybdène et l'azote améliorent leur résistance à la corrosion par piqûres. L'effet de ces éléments sur la résistance à la corrosion par piqûres est quantifié par un paramètre empirique appelé "indice de résistance à la corrosion PRE" (Pitting Resistant Equivalent) défini comme suit :

$$PRE = \% Cr + 3,3 \% Mo + 16 \% N$$

Un indice PRE élevé caractérise une bonne résistance à la corrosion par piqûres. On trouvera dans le tableau I.1 les indices PRE des principaux aciers inoxydables duplex.

Ce paramètre a néanmoins quelques limitations, puisqu'il intègre l'influence de trois éléments seulement. Une description plus complète de l'influence d'autres éléments est donnée dans [Bernhardsson, 1991]. Cette résistance à la corrosion par piqûres est très intéressante pour la fatigue-corrosion, car les piqûres constituent des sites préférentiels d'amorçage des fissures, selon le processus décrit en figure I.9, conduisant ainsi à des réductions de durée de vie en fatigue.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables duplex est due, comme pour les aciers austénitiques et ferritiques, à l'existence d'une couche passive superficielle dont les propriétés dépendent de la composition du métal sous-jacent, et varient d'une phase à l'autre. Ainsi, dans les alliages biphasés, il est possible d'avoir un comportement distinct de chacune des phases vis-à-vis de la corrosion, donc les épaisseurs de couche passive peuvent

être différentes. De plus, la nature et les propriétés de cette couche peuvent varier selon le milieu agressif considéré, en particulier selon son pouvoir protecteur.

Les aciers inoxydables austénitiques sont très sensibles à la corrosion sous contrainte, qui est essentiellement fonction de leur teneur en nickel. Cette sensibilité n'existe pas dans les aciers inoxydables ferritiques, ce qui explique qu'une très fine dispersion de ferrite dans une matrice austénitique améliore cette résistance à la corrosion sous contrainte. De même Takizawa et al. (1982) ont constaté que la résistance à la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables duplex, dans des environnements contenant des chlorures, augmente avec l'augmentation du taux de ferrite, pour les taux inférieurs à 50 %, et redeviennent sensibles à ce type de corrosion lorsque le taux de ferrite est supérieur à 50%.

L'azote est un élément d'alliage susceptible d'améliorer cette résistance à la corrosion sous contrainte.

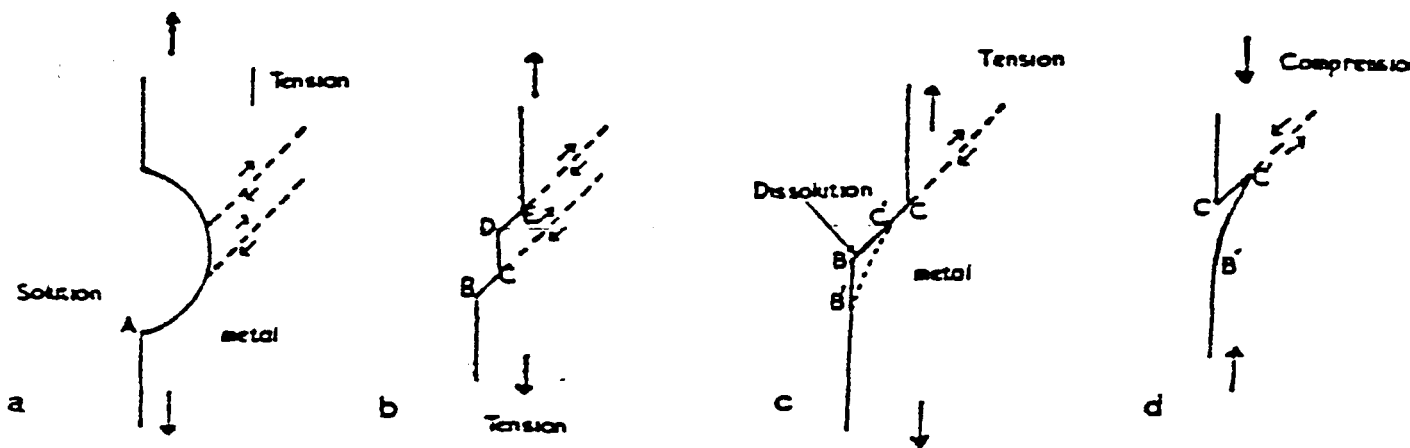


Figure I.9 : Mécanismes d'amorçage d'une fissure par déformation plastique

dans une piqûre, d'après [Pyle et al., 1972] :

- a) déformation plastique en fond de fissure ;
- b) apparition de marches de glissement ;
- c) dissolution de la marche BC qui devient B'C' ;
- d) apparition d'une microfissure en compression.

I.1.4 - Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques présentent d'excellentes propriétés mécaniques, dues à leur structure fine. Ces aciers sont des alliages appartenant à la famille des matériaux où coexistent deux phases en fractions volumiques égales. Par conséquent, l'effet de la polycristallinité sur le comportement mécanique de ce type d'aciers est considérable.

Ces propriétés mécaniques peuvent être améliorées par traitement de durcissement structural et par écrouissage. De même, il faut noter que certains alliages austéno-ferritiques, dits "microduplex", peuvent également avoir un comportement dit "super-plastique" et présenter alors des allongements à rupture de plusieurs centaines de % avant la striction. Ce phénomène est surtout observable à haute température et pour des vitesses de déformation très lentes ; il est nécessaire que les phases soient de dimension très faible (quelques microns) [Srivastava, 1983 ; Desestret et Charles, 1990 ; Zhang et al., 1984].

Pour les aciers inoxydables ferritiques comme pour les aciers inoxydables austénitiques, le durcissement par affinement de la taille de grain s'exprime par la relation de Hall-Petch :

$$\sigma_y = \sigma_i + K d^{-1/2}$$

où σ_y est la limite d'élasticité, σ_i la contrainte de frottement opposée au mouvement des dislocations, d le diamètre moyen du grain, et K une constante dépendant du matériau considéré, fonction de la température. K est plus grand dans les aciers ferritiques que dans les aciers austénitiques [Bavay, 1990]. Dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques, la taille des grains dans chacune des phases est petite comparée à celle dans les aciers austénitiques, voire dans les aciers ferritiques. Il en résulte un durcissement dû aux joints de grains plus important. Mais il existe de plus, dans ces aciers duplex, des joints de phases qui jouent eux-mêmes un rôle durcissant considérable. Le durcissement par affinage du grain et par les joints de phases est dû à la difficulté de propager l'écoulement plastique d'un grain à l'autre.

En général, les phases constitutives des matériaux duplex, comme de tous les matériaux composites, n'ont pas les mêmes propriétés mécaniques, et le comportement mécanique d'un alliage duplex résulte alors de la coexistence et de l'interaction entre ces deux phases.

Tamura et al. (1973) ont, en effet, mis en évidence que les propriétés mécaniques monotones des aciers duplex austéno-ferritiques, sont à la fois supérieures à celles des aciers

austénitiques et supérieures à celles des aciers ferritiques dont les compositions chimiques sont similaires à celles des deux phases de l'acier duplex, sans perte de ductilité notable par rapport aux aciers inoxydables austénitiques.

Si on considère que la structure duplex est une structure composite à deux phases, on peut modéliser sa limite d'élasticité en utilisant des lois ou des modèles couramment utilisés pour les composites. Par exemple certains auteurs [Tamura et al., 1973 ; Tomota et al., 1976] proposent d'utiliser une simple loi des mélanges. Partant de l'hypothèse communément admise dans les composites, que la déformation est la même dans les deux phases, la loi des mélanges s'exprime par :

$$\sigma_y = f_\gamma \sigma_{y\gamma} + f_\alpha \sigma_{y\alpha}$$

avec $f_\alpha + f_\gamma = 1$

où f_γ et f_α sont respectivement les fractions volumiques des phases austénitique et ferritique, $\sigma_{y\alpha}$ et $\sigma_{y\gamma}$ les limites d'élasticité à 0,2 %, telles que mesurées dans chacune des phases prise séparément.

Tamura et al. (1973) ont montré que cette loi des mélanges ne peut être utilisée, pour décrire la relation entre la contrainte d'écoulement à 0,2 % et les fractions volumiques des deux phases dans les aciers duplex, que si le paramètre C, défini comme le rapport de la contrainte d'écoulement de la phase la plus dure à celle de la phase la plus molle, est inférieur ou égal à 3 :

$$C = \frac{\sigma_{0,2 \% \text{ phase (plus dure)}}}{\sigma_{0,2 \% \text{ phase (moins dure)}}$$

Les aciers duplex α/γ vérifient cette condition du paramètre C.

Néanmoins, il faut souligner que cette loi des mélanges, méthode de calcul simple, ne tient pas compte de l'interaction mécanique ou physique entre les deux phases, et nécessite certaines hypothèses. En particulier, tout processus de concentration de contrainte locale est ignoré. Cho et Gurland (1988) ont proposé de modifier cette loi, appliquée aux alliages duplex α/β , en ajoutant un terme $I_{\alpha\gamma}$ qui prendrait en compte l'interaction entre les deux phases :

$$\sigma_y = f_\gamma \sigma_{y\gamma} + f_\alpha \sigma_{y\alpha} + I_{\alpha\gamma}$$

En fait, la distribution de la déformation n'est pas homogène entre les deux phases d'un alliage duplex. La phase la moins dure est la première à se déformer plastiquement, alors que la phase la plus dure continue à se déformer élastiquement si sa limite d'élasticité nominale est supérieure à la contrainte appliquée [Wahlberg, 1989 ; Welman et al., 1991 ;

Foet et al., 1991 ; Lardon et al., 1988]. Et, comme pour tout composite, la limite d'élasticité de l'acier duplex est égale à la limite d'élasticité de sa phase la moins dure [Welman et al., 1991 ; Lardon et al., 1988 ; Wahlberg et al., 1987].

Néanmoins, la discontinuité de la déformation plastique entre les deux phases engendre un champ de contraintes internes qui maintient la déformation plastique dans la phase la moins dure, et entraîne un début de déformation plastique dans la phase la plus dure. Ceci permet de suggérer que la phase la plus dure peut localement se déformer plastiquement bien avant que sa limite d'élasticité macroscopique ne soit atteinte [Wahlberg, 1989].

I.1.4.1 - Influence du taux de ferrite

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques présentent un plus haut niveau de résistance mécanique que les aciers inoxydables austénitiques standard, tout en conservant une ductilité satisfaisante. Cet excellent compromis est dû à la structure biphasée de l'alliage. En effet, le haut niveau de résistance est dû à la phase ferritique, en l'absence d'azote, alors que la phase austénitique permet de conserver la ductilité et la ténacité. Par conséquent, les propriétés mécaniques des aciers duplex vont fortement dépendre de la fraction volumique des deux phases, donc en particulier à la teneur en ferrite.

Desestret et Charles (1990) montrent que la limite d'élasticité et la résistance à la rupture augmentent avec l'augmentation de la teneur en ferrite, au détriment de la ductilité. Dans le domaine des basses températures ($-195\text{ °C} \leq T \leq 20\text{ °C}$), Floreen et Hayden (1968) ont montré que la limite d'élasticité (figure I.10) augmente avec la teneur en ferrite, alors que la résistance à la rupture (figure I.11) et la ductilité diminuent (mais d'autant moins que la température augmente), et que la limite d'élasticité et la résistance à la rupture diminuent lorsque la température augmente. Unnikrishnan et Mallik (1987) confirment que la résistance à la rupture (figure I.12) et la ductilité diminuent avec un accroissement du pourcentage en ferrite (figure I.13), mais trouvent une limite d'élasticité sensiblement constante (figure I.12) ; cette limite d'élasticité est toujours celle de la phase la moins dure, qui est ici la phase austénitique. Par ailleurs, l'augmentation de la résistance à la rupture avec une diminution de la teneur en ferrite s'explique par le fort taux d'écrouissage de la phase austénitique par rapport à celui de la phase ferritique.

De même, Tamura et al. (1973) ont étudié des aciers duplex à l'état hypereffluant et vieilli (figure I.14) ; ils ont observé qu'à l'état hypereffluant la limite d'élasticité à 0,2% augmente de manière significative, tandis que la résistance à la rupture augmente à peine,

avec une augmentation de la teneur en ferrite ; ces augmentations sont quasi-linéaires, en accord avec la simple loi des mélanges. De même pour les aciers à l'état vieilli, ces caractéristiques augmentent avec le taux de ferrite, plus fortement mais non linéairement. Dans l'état hypereutecté, la ductilité reste sensiblement constante à faibles et fortes teneurs en ferrite, mais diminue brutalement aux teneurs intermédiaires (45 - 50%) ; dans l'état vieilli, elle diminue continûment avec l'augmentation de la teneur en ferrite. Ceci s'explique par le durcissement de la phase ferritique par précipitation induite par le vieillissement.

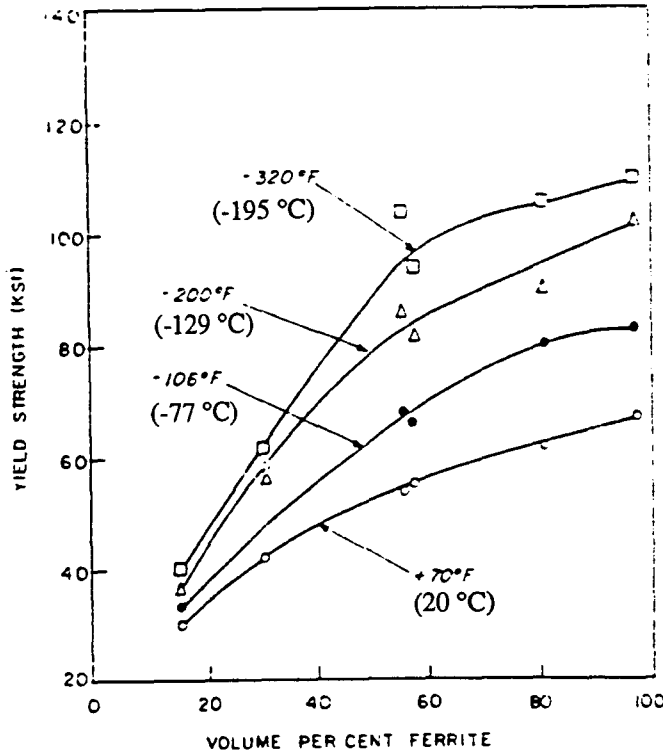


Figure I.10 : Influence de la teneur en ferrite sur la limite d'élasticité des aciers inoxydables duplex, d'après [Floreen et Hayden, 1968].

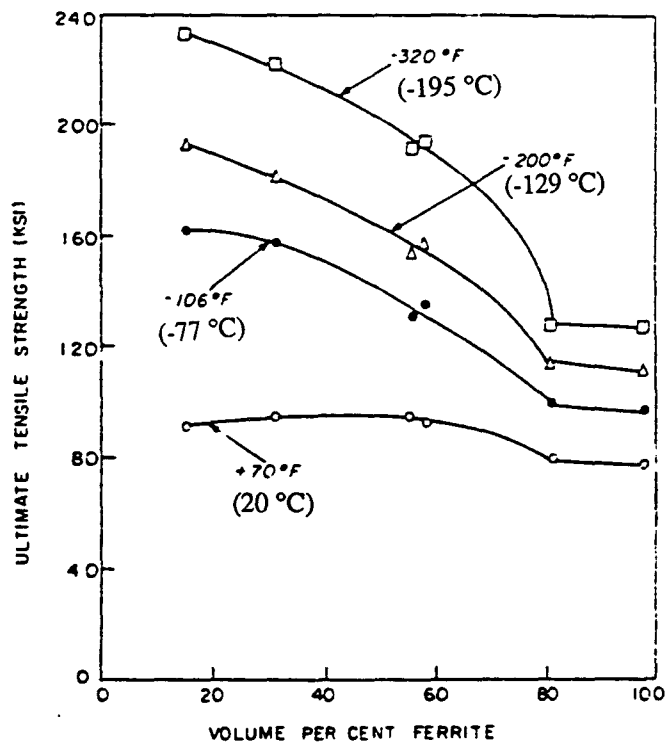


Figure I.11 : Influence de la teneur en ferrite sur la résistance à la rupture des aciers inoxydables duplex, d'après [Floreen et Hayden, 1968].

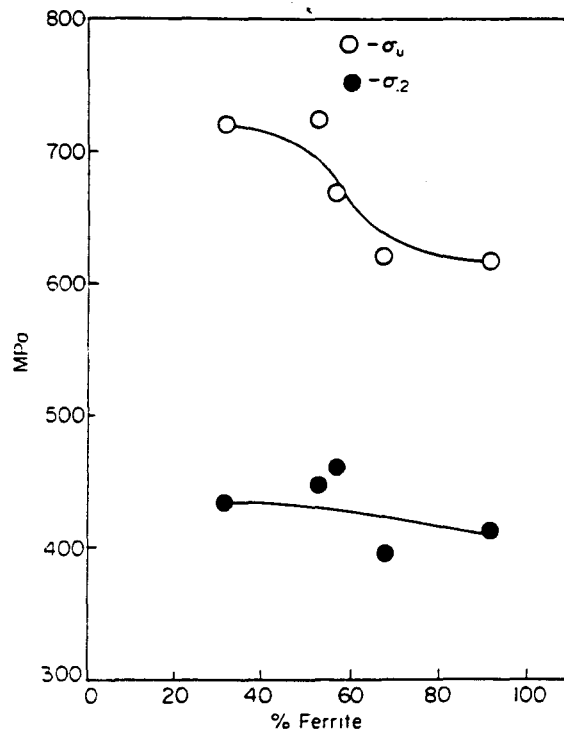


Figure I.12 : Influence de la teneur en ferrite sur la limite d'élasticité et la résistance à la rupture des aciers inoxydables duplex, d'après [Unnikrishnan et Malik, 1987].

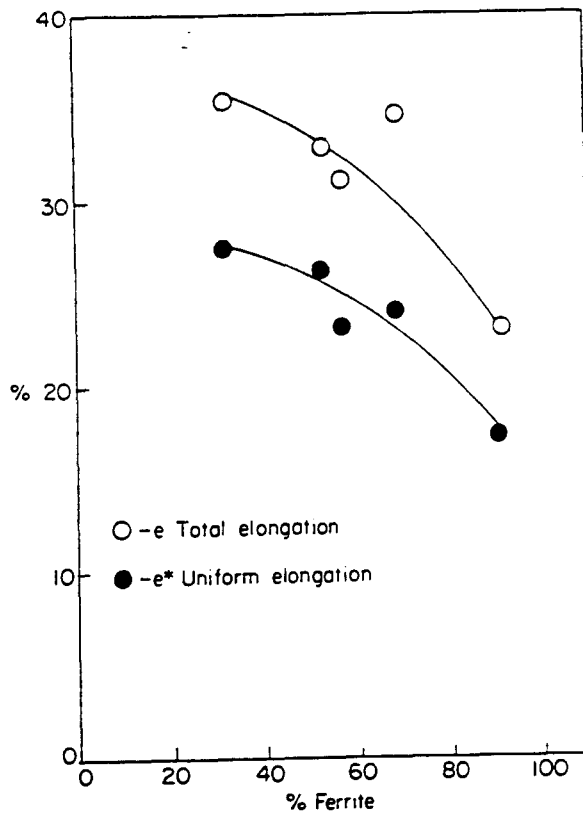


Figure I.13 : Influence de la teneur en ferrite sur la ductilité des aciers inoxydables duplex d'après [Floreen et Hayden, 1968].



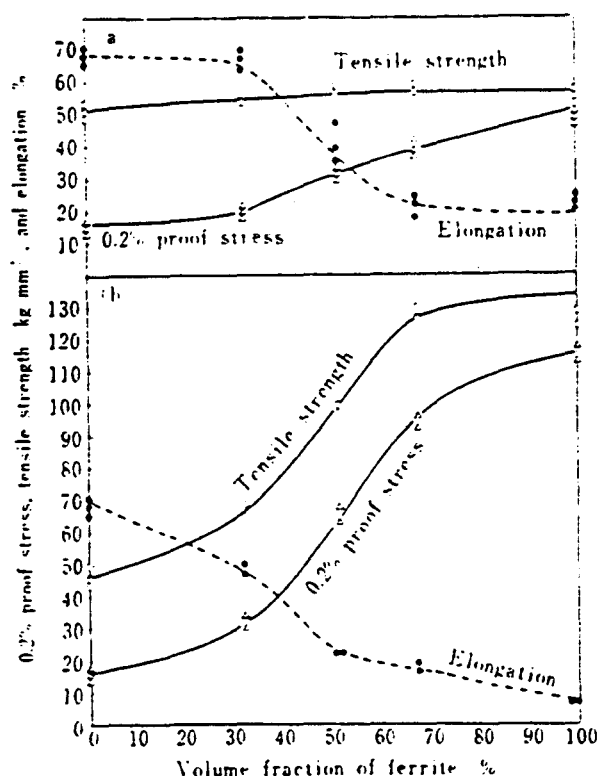


Figure I.14 : Effet de la teneur en ferrite sur les propriétés de traction monotone des aciers inoxydables duplex Fe-Cr-Ni. (a) à l'état hypertrempé, (b) à l'état vieilli pendant 100 h à 480 °C, d'après [Tamura et al., 1973].

I.1.4.2 - Influence de la température d'hypertrempe

Comme il a été précédemment précisé, la teneur en ferrite, donc les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex, dépendent du traitement thermique, et en particulier de la température d'hypertrempe.

On trouve à ce sujet des résultats contradictoires. Travaillant sur quasiment les mêmes aciers (aciers type Z2 CNDU 21-08), Rouby et Blanchard (1990) observent une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture avec l'augmentation de la température d'hypertrempe ($1000\text{ °C} \leq T_{HT} \leq 1250\text{ °C}$) (figure I.15), tandis que Unnikrishnan et Mallik (1987) observent une diminution continue de ces caractéristiques dans le domaine $800\text{ °C} \leq T_{HT} \leq 1250\text{ °C}$ (figure I.16). En revanche, ils s'accordent sur une diminution de la ductilité dans le domaine $1000\text{ °C} \leq T_{HT} \leq 1250\text{ °C}$.

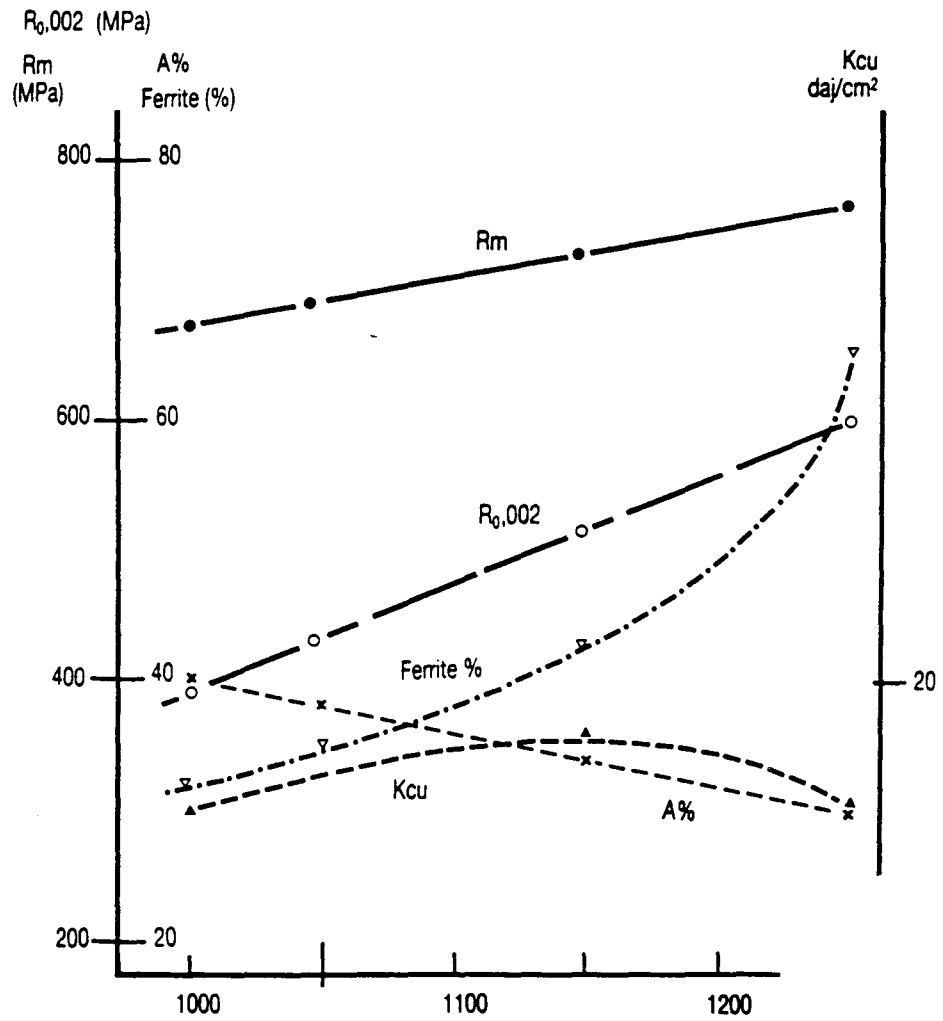


Figure I.15 : Evolution des caractéristiques mécaniques et de la teneur en ferrite d'un acier duplex type Z2 CNDU 21-08 en fonction de la température d'hypertrempe, d'après [Rouby et Blanchard., 1990].

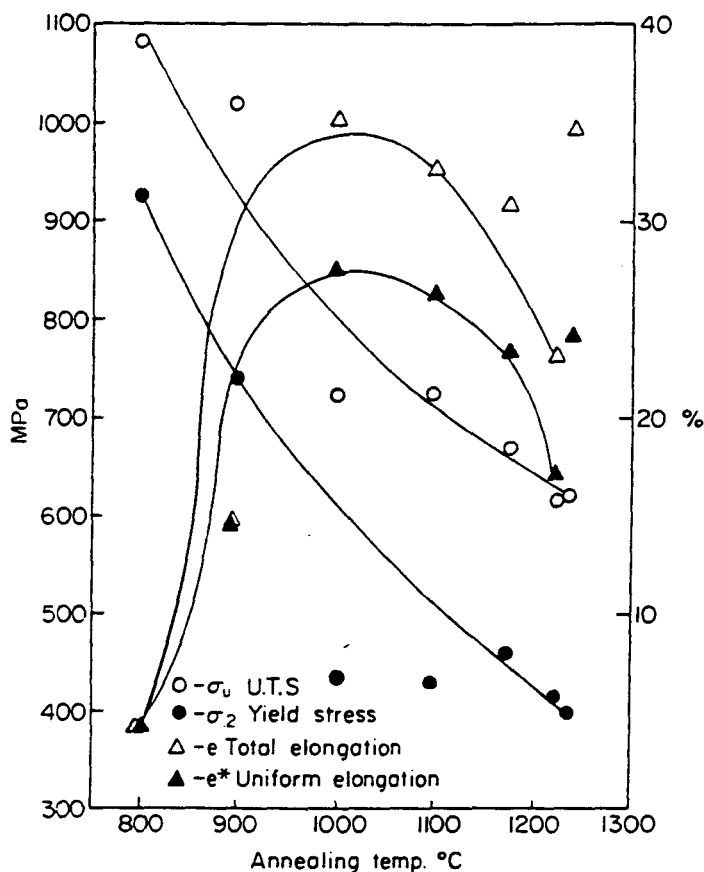


Figure I.16 : Evolution des caractéristiques mécaniques d'un acier duplex type 21-07 en fonction de la température d'hypertrempe, d'après [Unnikrishnan et Malik, 1987].

I.1.4.3 - Influence de la composition

Les éléments d'alliage, en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, contribuent également au durcissement des aciers duplex. En effet, une augmentation des teneurs en éléments substitutionnels tels que le chrome, le nickel, le molybdène,... confère à l'alliage un durcissement qui concerne les deux phases, et qui diffère d'un élément à l'autre ; le durcissement obtenu par addition des éléments en solution solide interstitielle tels que le carbone et l'azote, éléments fortement gammagènes, concerne essentiellement la phase austénitique, étant donné leur faible limite de solubilité dans la ferrite.

Wahlberg et al. (1987) ont constaté (figure I.17), sur des aciers duplex α/γ type Z2 CND 22-05, que des additions d'azote jusqu'à 0,13 % permettent une nette augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage. Au delà de cette valeur, le durcissement est plus modéré. On peut dès lors, avec des additions croissantes d'azote, inverser le rapport des propriétés mécaniques des deux phases. En effet, à température ambiante, avec de faibles

additions d'azote, c'est la phase austénitique qui sera la première à être plastifiée sous déformations mécaniques ; tandis que pour des additions importantes d'azote, c'est la phase ferritique qui subira les premières déformations plastiques [Seddouki et al., 1993 (a) et (b) ; Degallaix et al., 1993 (a) et (b) ; Desestret et Charles, 1990 ; Foct et al., 1991 ; Lardon et al., 1988 ; Wahlberg et al., 1988].

Néanmoins il faut souligner que le taux de durcissement par addition d'azote, par % pds, est plus important dans la ferrite que dans l'austénite [Pickering, 1983] (voir § I.1.6.2.1).

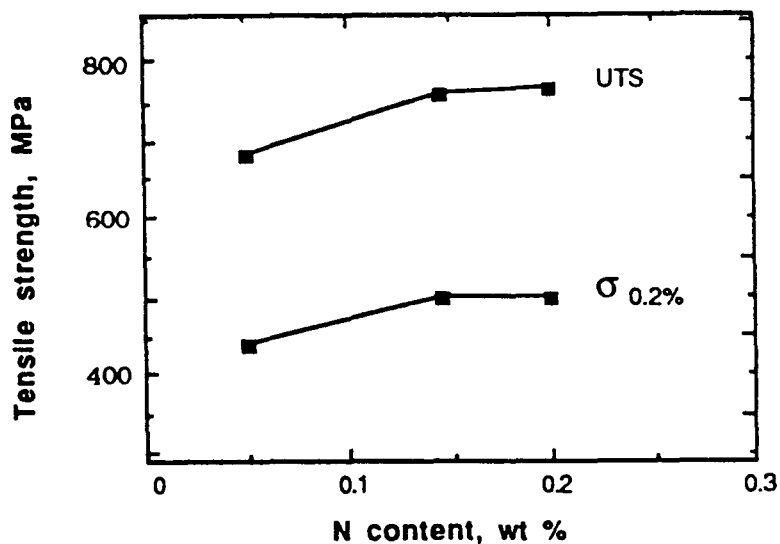


Figure I.17 : Evolution de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture des aciers duplex type Z2 CND 22-05 en fonction de la teneur en azote, d'après [Wahlberg, 1989].

I.1.4.4 - Résilience

Contrairement aux aciers inoxydables austénitiques qui ne présentent pas, comme tous les métaux CFC, de transition fragile-ductile notable, les aciers duplex α/γ présentent une Température de Transition Ductile-Fragile (TTDF), comme tous les aciers inoxydables ferritiques [Bernhardsson et al., 1981], située au voisinage de -50 °C pour l'acier duplex type UNS 31803 (Z2 CND 22-05). Au dessous de cette température, la résilience des aciers inoxydables austéno-ferritiques chute brutalement ; ces aciers ne peuvent par conséquent pas être utilisés en deçà de -50 °C (figure I.18). De même ces aciers ne peuvent être utilisés à des

températures supérieures à 300 °C, en raison des modifications microstructurales intervenant au delà de cette température, comme il a été décrit précédemment (cf § Propriétés structurales). Le domaine d'utilisation de ces aciers reste ainsi fortement limité en température.

I.1.5 - Soudage

Les alliages austéno-ferritiques se solidifient entièrement en phase ferritique aux hautes températures, et ce n'est qu'au court du refroidissement que la transformation en phase austénitique se produit [Blanc et Tricot, 1971]. Cette transformation peut ne pas être complète, si la vitesse de refroidissement est grande. De plus, la ferrite subit d'importantes modifications avec la variation de la température. Ceci a une conséquence directe sur les zones affectées thermiquement des structures soudées en aciers inoxydables austéno-ferritiques, où les températures atteintes peuvent être importantes selon les procédés de soudage employés. Les ZAT de soudures austéno-ferritiques peuvent, en conséquence, subir d'importantes modifications structurales [Irrisari et al., 1991 ; Lefebvre et Dufrane, 1991].

Un accroissement de la teneur en ferrite peut avoir lieu si les énergies de soudage employées sont trop élevées, ainsi qu'une transformation partielle de la ferrite en composés intermétalliques fragiles. Toutefois, il faut souligner l'intérêt que revêt les additions d'azote vis à vis du soudage des aciers austéno-ferritiques (figure I.19), en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ au cours du chauffage, et en retardant la précipitation des phases intermétalliques. Ainsi, l'azote permet de stabiliser la ZAT des structures soudées des aciers duplex. Ces aspects de stabilisation sont traités en détails dans [Bonnefois et al., 1991 ; Bonnefois et al., 1988].

Savoir contrôler le taux de ferrite dans les structures soudées est d'une grande importance vis à vis des risques de fragilisation des soudures. Les diagrammes de Schaeffler et Delong sont largement acceptés pour la prédiction de la teneur en ferrite dans les aciers inoxydables austénitiques soudés. Cependant, dans les nouvelles générations d'aciers tels que les aciers duplex, l'utilisation de ces diagrammes conduit à des prédictions peu précises.

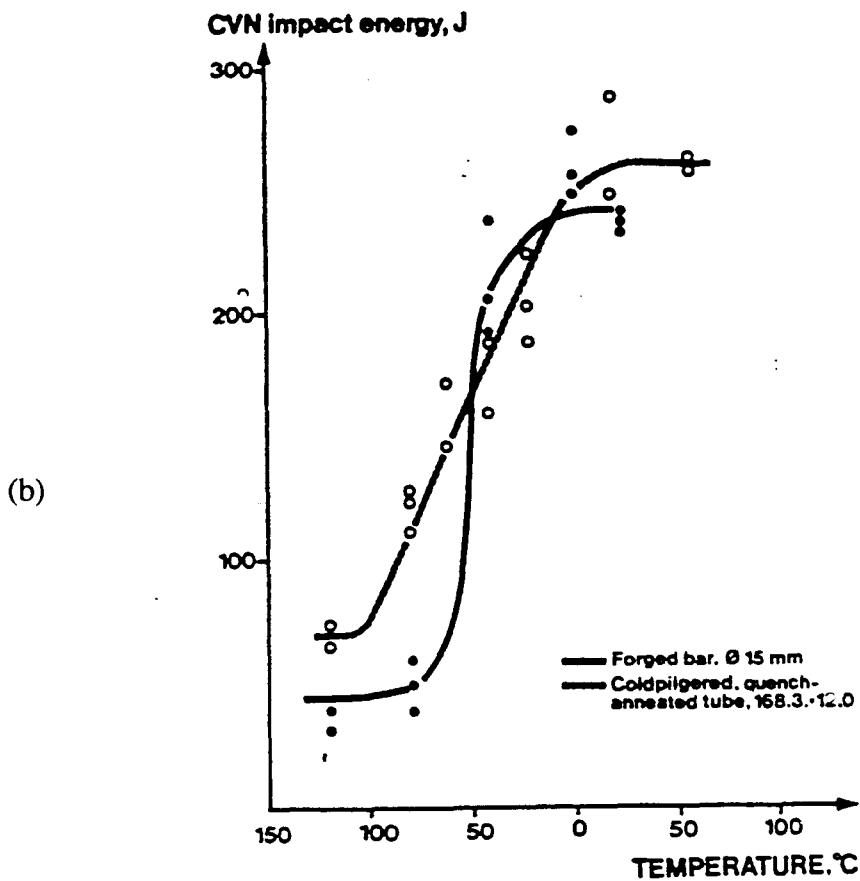
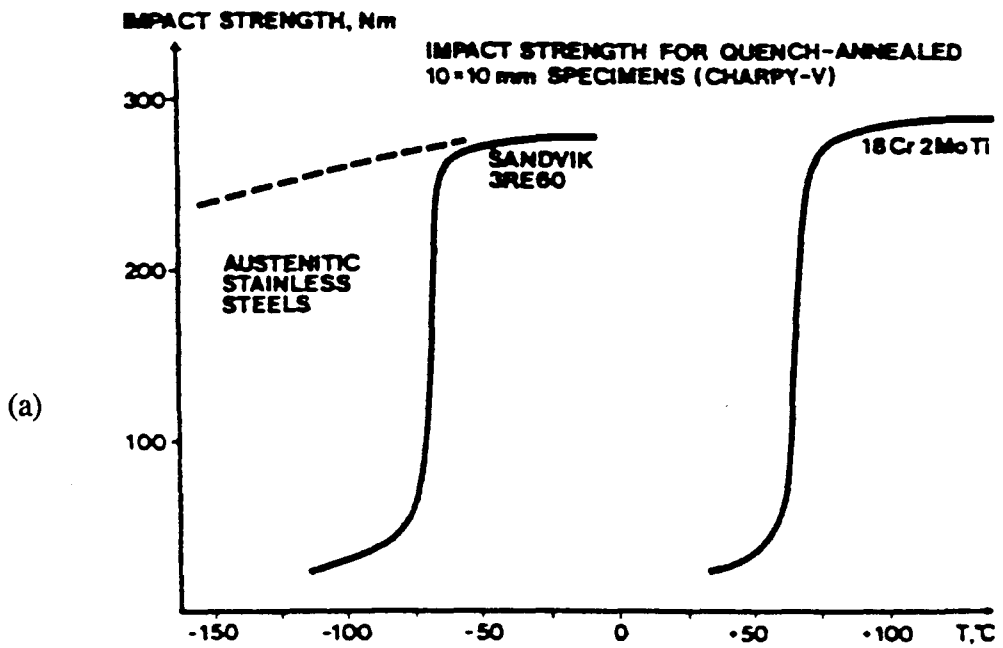


Figure I.18 : Résilience de différents aciers inoxydables et leurs Températures de Transition Ductile-Fragile (TTDF), (a) austénitiques (pointillés), ferritique (18Cr-2Mo-Ti) et duplex (3 RE 60) ; (b) duplex forgé type Z2 CND 22-05 (SAF 22-05), d'après [Bernhardsson et al., 1981].

De nouvelles méthodes ont été utilisées ces dernières années pour prédire ce taux de ferrite [Irrisari et al., 1991]. Après soudage, outre le taux de ferrite, d'autres paramètres affectent les propriétés mécaniques (résilience, en particulier) des structures soudées, tels que la fraction volumique d'inclusions et l'orientation des grains de ferrite.

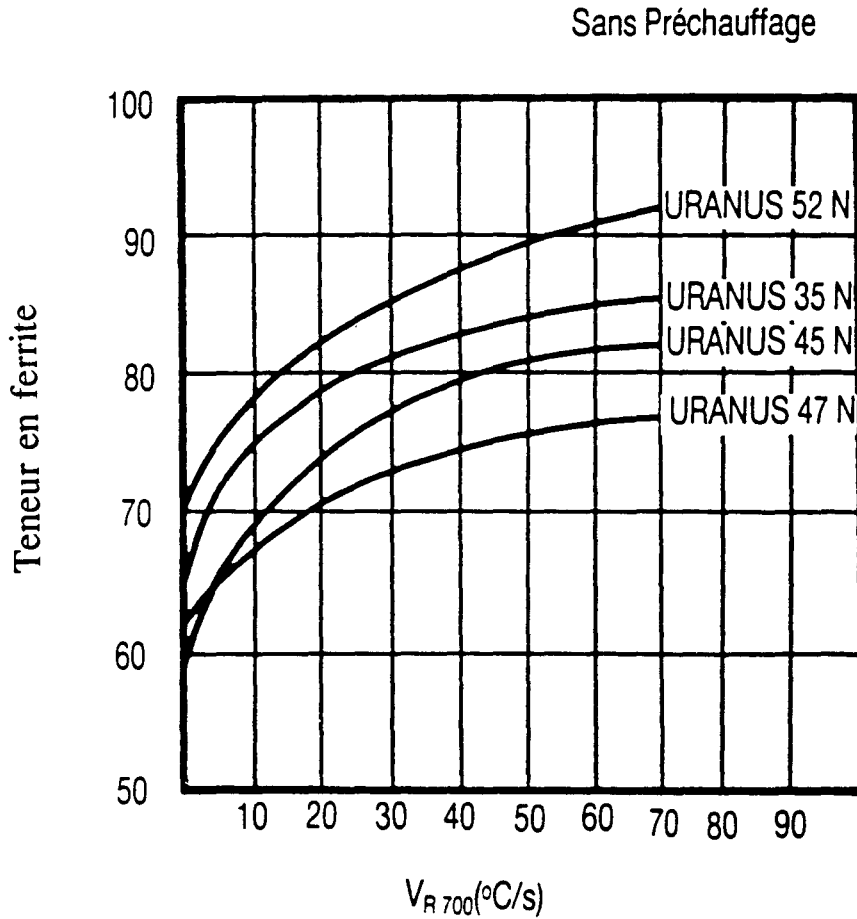


Figure I.19 : Evolution de la structure de la ZAT en fonction des conditions de soudage dans quelques aciers duplex (la teneur en ferrite reportée est déterminée par voie métallographique sous grossissement 500x), d'après [Desestret et Charles, 1990].

I.1.6 - L'azote dans les aciers duplex

L'azote est un élément fortement gammagène, en solution solide interstitielle dans les aciers inoxydables duplex. En raison de la faible solubilité de l'azote dans la phase ferritique comparée à celle dans la phase austénitique, l'azote se trouve essentiellement concentré dans la phase austénitique des aciers inoxydables austéno-ferritiques. L'influence de l'azote sur ces aciers est donc étroitement liée aux effets de l'azote sur la phase austénitique. Ainsi, il s'avère indispensable de rappeler le rôle de l'azote dans les aciers inoxydables austénitiques.

I.1.6.1 - Effet de l'azote dans les aciers austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques sont alliés à l'azote afin d'améliorer leur stabilité structurale, leurs propriétés mécaniques, relativement faibles sans azote, et leur résistance à la corrosion. La figure I.20 montre l'effet considérable de durcissement par solution solide dû à l'azote, de loin le plus important en % atomique comparé au durcissement provoqué par d'autres éléments en solution. On constate que l'accroissement de la limite d'élasticité par addition des éléments en solution solide interstitielle est considérablement supérieur à celui obtenu par solution solide de substitution, notamment pour les éléments gammagènes. Le durcissement est attribué aux interactions entre les dislocations et les atomes étrangers en solution, qui constituent une entrave au mouvement des dislocations.

L'azote peut aussi remplacer partiellement le nickel, élément coûteux, comme stabilisateur de l'austénite, de par sa nature fortement gammagène et son effet d'abaissement des températures de transformation de l'austénite en martensite [Rouby et Blanchard, 1990]. L'austénite est en effet susceptible de se transformer en phase martensitique sous l'effet de traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques. On distingue deux températures caractéristiques de la transformation martensitique de l'austénite instable : M_S correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique, et M_D caractérise la capacité de formation de martensite sous l'effet de la déformation plastique ($M_D > M_S$).

L'effet des éléments d'alliage sur ces températures de transformation en martensite apparaît dans les formules de Pickering [1978] :

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

$$M_{D30} (^\circ\text{C}) = 497 - 462 (\%C + \%N) - 9,2 \%Si - 8,1 \%Mn - 13,7 \%Cr - 20 \%Ni - 18,5 \%Mo$$

où M_{D30} est la température à laquelle 50 % de martensite apparaît sous une déformation vraie de 30 % ; les éléments d'alliage sont exprimés en % poids. On remarque le fort effet stabilisant de l'azote.

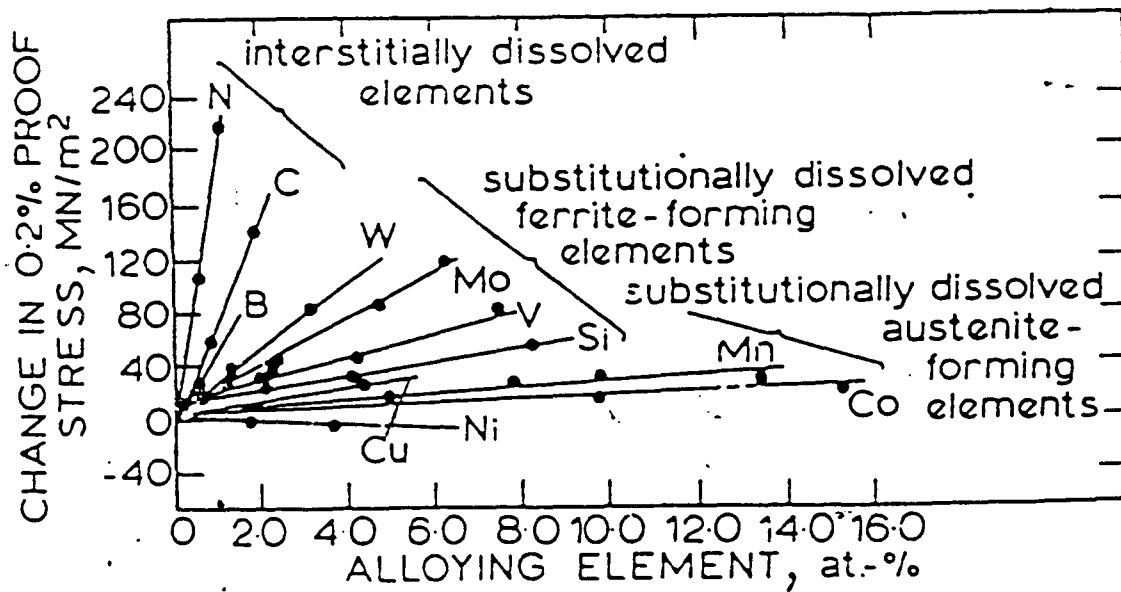


Figure I.20 : Effet de durcissement par solution solide dans les aciers inoxydables austénitiques, d'après [Pickering, 1983].

De nombreuses études ont porté sur l'influence de l'azote sur le comportement en traction monotone et en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques [Degallaix, 1986, Degallaix et al., 1983, 1984, 1987, 1988 (a) et (b) ; Nilsson et Thorvaldsson., 1985 ; Nilsson, 1983, 1984 ; Soussan, 1989 ; Soussan et al., 1991]. Ces études ont montré que l'addition de l'azote en solution solide interstitielle, dans ce type d'aciers, entraîne un fort durcissement. Ils ont en effet montré que les propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité, la contrainte d'écoulement et la résistance à la rupture des aciers type 316L-316LN (Z2 CND 17-12) alliés ou non à l'azote augmentent linéairement avec l'augmentation de la teneur en azote, tant à température ambiante qu'à haute température (figure I.21, I.22 et I.23), au détriment de la ductilité [Degallaix, 1986 ; Soussan, 1989 ; Soussan et al., 1991].

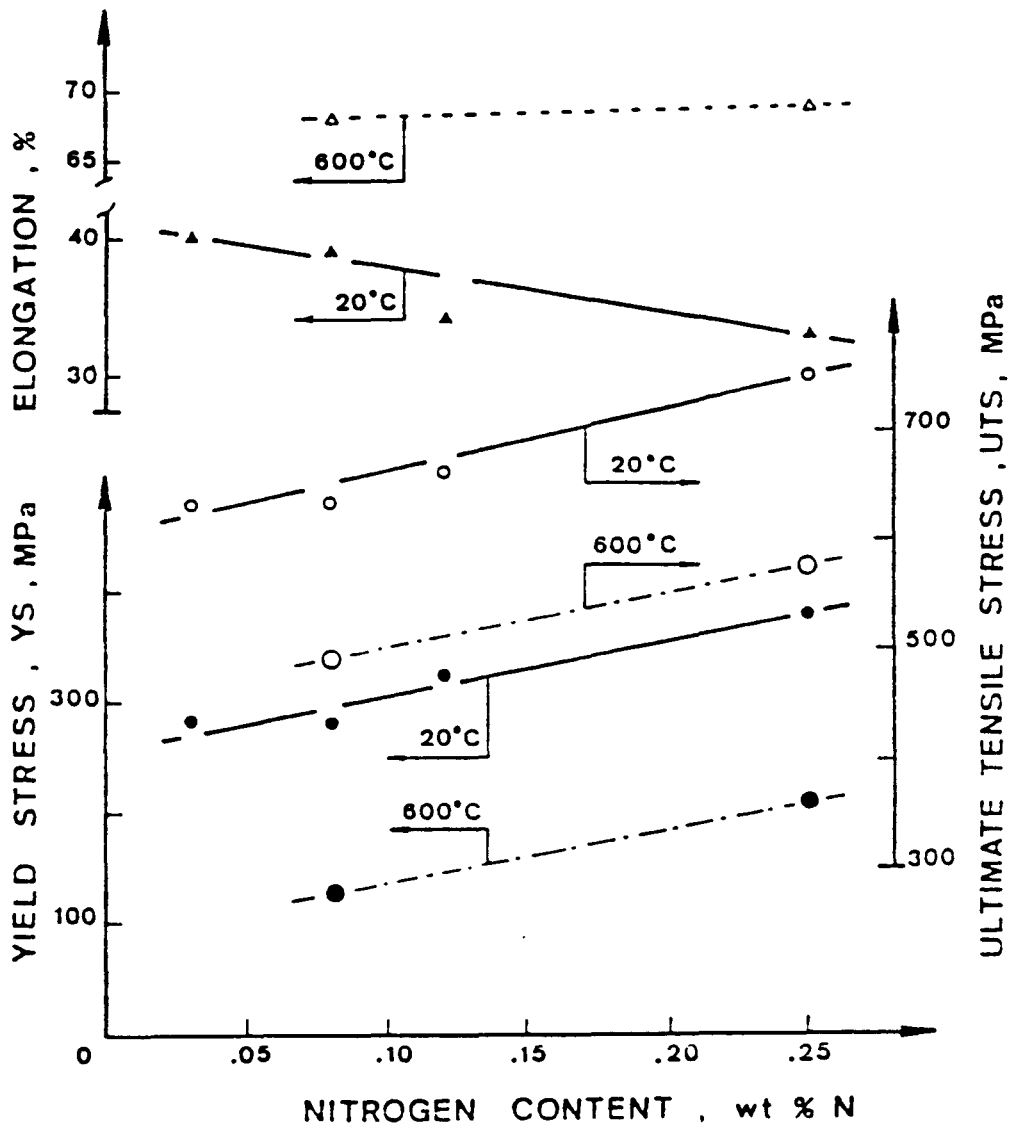


Figure I.21 : Evolution des caractéristiques mécaniques en traction monotone à 20 °C et à 600 °C des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la teneur en azote, d'après [Degallaix et al., 1988 (a)].

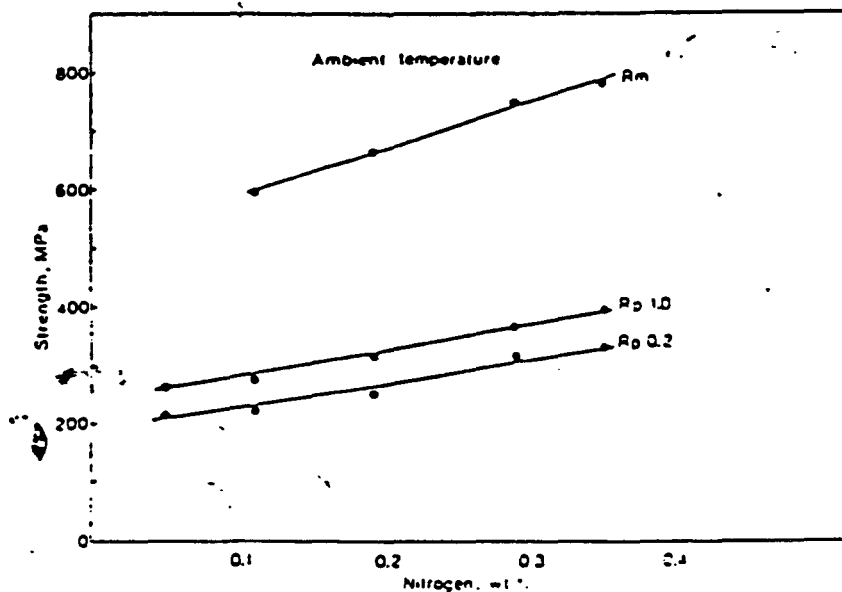
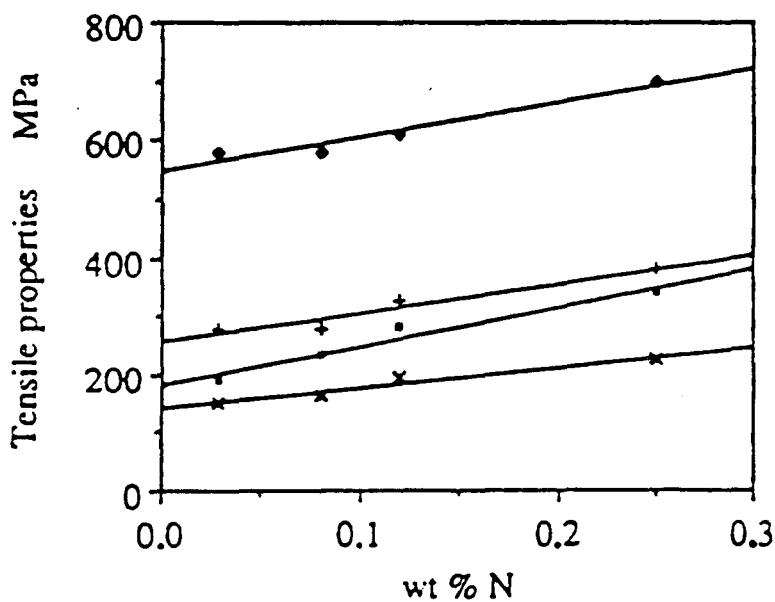


Figure I.22 : Evolution des propriétés monotones, à température ambiante, des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la teneur en azote, d'après [Nilsson et Thorvalddsson., 1985].



YS_{0.02%} (■), YS_{0.2%} (+), UTS (◆) and TYS (×)

Figure I.23 : Evolution des propriétés monotones, à température ambiante, des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la teneur en azote, d'après [Soussan et al., 1991].

Le durcissement des aciers inoxydables austénitiques par addition d'azote a été en particulier discuté par Uggowitzer et Harzenmoser (1988), Byrnes et al. (1987) et Grujicic et al. (1988). Ces études ont suggéré que ce durcissement est dû à l'existence d'un ordre à courte distance qui résulte de la forte affinité entre l'azote et d'autres éléments tels que le chrome et/ou le molybdène. D'autres études l'ont confirmé, telles les études de Wahlberg et Dunlop (1987), Wahlberg et al. (1988) et Wahlberg (1989). Ces études montrent en effet, par l'étude de la phase austénitique d'aciers inoxydables duplex, que l'effet de durcissement dû à l'azote résulte d'une augmentation de la résistance à l'écoulement plastique dans les grains austénitiques, et d'une interaction entre l'azote et d'autres éléments d'alliages.

De plus, il est maintenant bien connu que l'azote joue un rôle important sur la structure des dislocations en déformation plastique cyclique des aciers inoxydables austénitiques (figures I.24 et I.25). La figure I.24 montre, schématiquement, le rôle de l'azote sur les sous-structures de dislocations obtenues en fatigue oligocyclique à température ambiante sur deux aciers inoxydables austénitiques type Z2 CND 17-12 notés E (0,08 % N) et H (0,252 % N) [Degallaix, 1986]. Ces microstructures se distinguent par le caractère plan de la déformation, plus prononcé à forte teneur en azote (acier H). Ce caractère plan favorisé par l'azote, s'oppose à la formation de la structure cellulaire (caractéristique de l'apparition du glissement dévié) observé dans l'acier E, faiblement chargé en azote. La figure I.25 confirme le caractère plan de la déformation favorisé par l'azote, par une étude de la microstructure de dislocation dans les phases austénitiques de deux aciers duplex type Z2 CND 22-05 respectivement faiblement et fortement chargés en azote [Wahlberg et al., 1988];

Plusieurs auteurs ont confirmé que l'azote favorise un mode de glissement plan des dislocations [Degallaix et al., 1983, 1984, 1988 (a) et (b); Nilsson, 1983, 1985, 1988; Dhers et al., 1988, Taillard et Foct, 1988], en repoussant l'apparition du glissement multiple et du glissement dévié à plus haute température et à plus forte déformation plastique [Nilsson, 1985; Degallaix et al., 1984], bien que l'origine de cet effet ne soit pas encore claire. Ce phénomène a longtemps été attribué à un abaissement de l'énergie de faute d'empilement (EFE); ce qui a amené plusieurs auteurs à étudier et à discuter de l'influence de l'azote interstitiel sur ce paramètre, facteur essentiel du mode de déformation plastique d'un matériau, en particulier dans les matériaux CFC tels les aciers inoxydables austénitiques.

En effet, de nombreux auteurs [Douglass et al., 1964; Fawley et al., 1968; Swann, 1963] ont montré que l'azote a une influence limitée ou pas d'influence sur l'énergie de faute d'empilement des aciers inoxydables austénitiques. Les résultats de Stoltz et Vander Sande (1980) ont montré, cependant, que la présence d'azote abaisse l'énergie de faute

d'empilement des aciers inoxydables austénitiques : ils observent une diminution de l'EFE de 53 à 33 mJ/m² quand la teneur en azote varie de 0,21 à 0,24 % pds, dans un alliage 21Cr-6Ni-Mn. En revanche, les mesures d'énergie de faute d'empilement effectuées par Taillard et Foct (1988), sur deux aciers inoxydables austénitiques (type Z2 CND 17-12) alliés à 0,08 et 0,25 % N respectivement, conduisent à des valeurs très voisines (24 +/- 3 mJ/m² et 23 +/- 5 mJ/m² respectivement). A l'opposé, Silcock (1982) a constaté une augmentation de l'énergie de faute d'empilement avec l'augmentation de la teneur en azote. Par ailleurs, Wahlberg et Dunlop (1987) et Wahlberg et al. (1988) n'ont pas constaté de différence significative entre les énergies de faute d'empilement dans les phases austénitiques de deux aciers duplex, l'un moins chargé en azote (LN à 0,05 % N) et l'autre plus chargé (HN à 0,2 % N). Ils suggèrent que le glissement plan rendu plus facile en présence de l'azote s'expliquerait plutôt par l'existence de zones d'ordre à courte distance riches en azote et en chrome [Thomas, 1963] ou en d'autres éléments substitutionnels tels que le molybdène, [Wahlberg et al., 1988 ; Wahlberg, 1989]. De même, Taillard et Foct (1988) ont expliqué que ce phénomène de glissement plan des dislocations favorisé par l'azote est dû à un mécanisme d'interactions à courte distance entre les dislocations et les atomes d'azote interstitiels entourés d'autres atomes substitutionnels. Néanmoins, la nature des mécanismes par lesquels l'azote intervient sur le mode de glissement des dislocations nécessite un supplément d'investigations.

Le caractère plan de la sous-structure des dislocations en présence d'azote entraîne une meilleure réversibilité de la déformation plastique cyclique entre traction et compression. Ceci explique l'augmentation de la résistance à la fatigue observée par plusieurs auteurs sur des aciers inoxydables austénitiques avec addition d'azote, en particulier les résultats rapportés par Degallaix (1986).

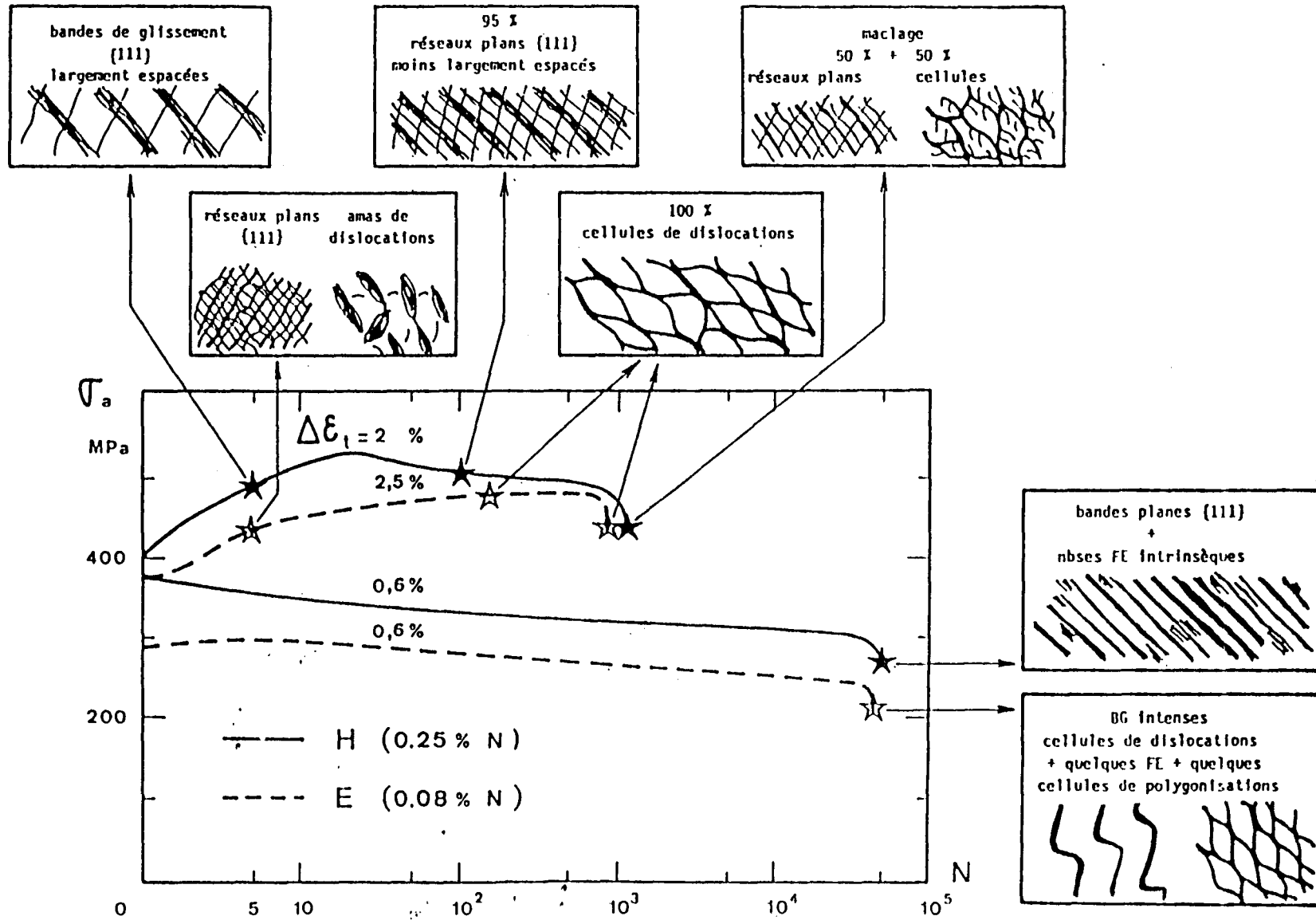


Figure I.24 : Schéma des sous-structures de dislocations observées après fatigue oligocyclique à température ambiante de deux aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12, E (0,080) et H (0,252), d'après [Degallaix, 1986].

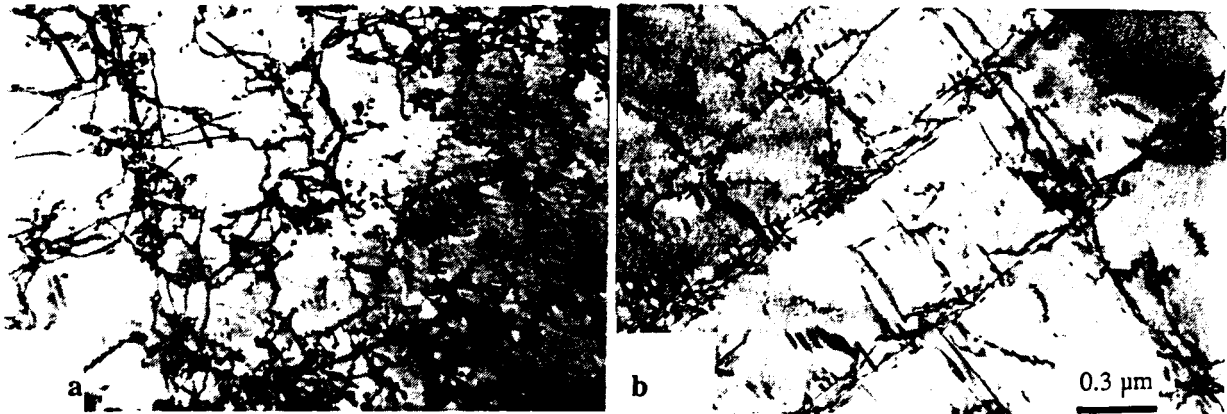


Figure I.25 : Structures de dislocations dans la phase austénitique de deux aciers duplex à 2 % de déformation en traction monotone. (a) acier LN (0,05 % N), glissement dévié ; (b) acier HN (0,2 % N) glissement plan, d'après [Wahlberg et al., 1988].

I.1.6.2 - Effet de l'azote dans les aciers duplex

Comme dans les aciers inoxydables austénitiques, l'azote a une forte influence sur la stabilité des aciers inoxydables austéno-ferritiques. On avait vu déjà que, en raison de son pouvoir fortement gammagène, l'azote se trouve fortement concentré dans la phase austénitique et que l'azote peut être utilisé pour établir un équilibre entre les teneurs en phases α et γ de la structure biphasée. Du fait de la forte contribution de l'azote au durcissement de la phase austénitique (cf § précédent), le comportement mécanique des aciers inoxydables duplex α/γ dépend donc fortement de la teneur en azote.

I.1.6.2.1 - Solubilité de l'azote dans la ferrite et dans l'austénite

L'azote, comme le carbone, se dilue en solution solide interstitielle dans le fer α de structure cubique centrée (CC) et dans le fer γ de structure cubique à faces centrées (CFC). Il occupe des sites octaédriques, dans la ferrite comme dans l'austénite (figure 26). Le paramètre de maille du fer α est plus faible que celui du fer γ .

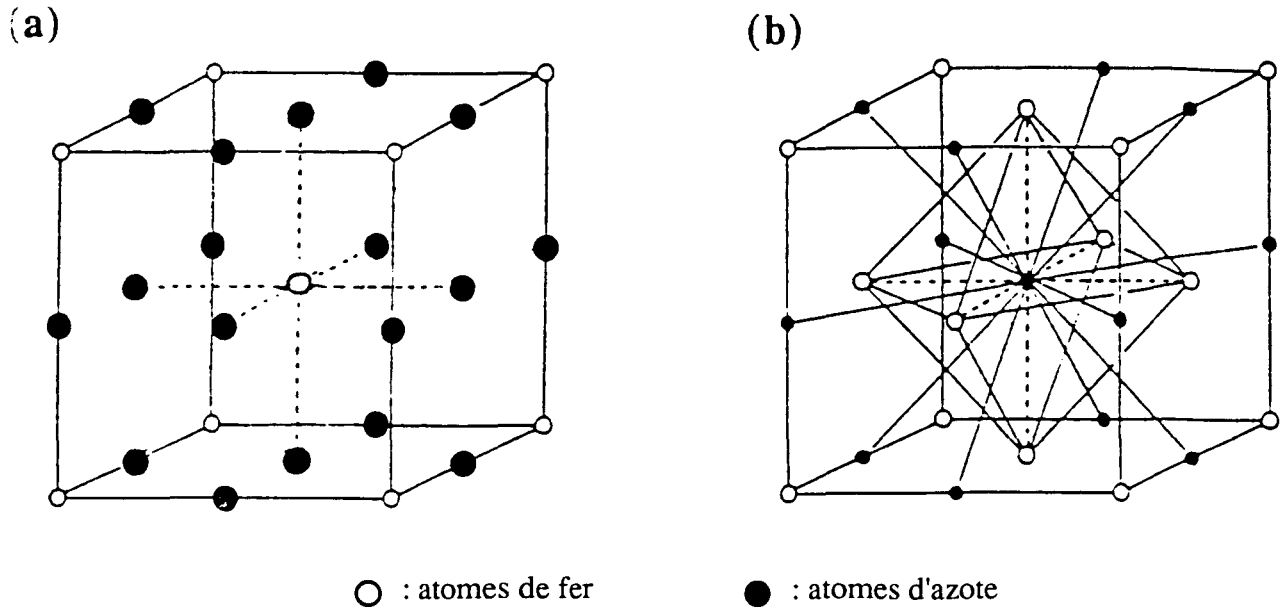


Figure I.26 : Sites octaédriques dans la ferrite (a) et dans l'austénite (b), d'après [Ledbetter et Austin, 1987].

Ainsi, les conditions géométriques d'insertion de l'azote sont plus favorables dans l'austénite que dans la ferrite. Par conséquent, l'azote en site interstitiel induit de fortes distorsions asymétriques de la maille ferritique (figure I.27), mais moins importantes et symétriques (sphériques) dans la maille austénitique, du fait de la symétrie de l'octaèdre dans la maille CFC (figure I.28).

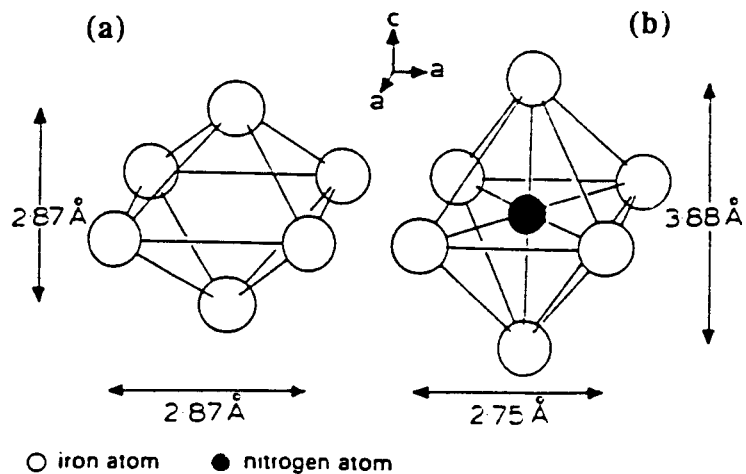


Figure I.27 : Site octaédrique dans la ferrite; (a) site vide et (b) distorsion asymétrique après insertion de l'atome d'azote, d'après [Hendry et al., 1979].

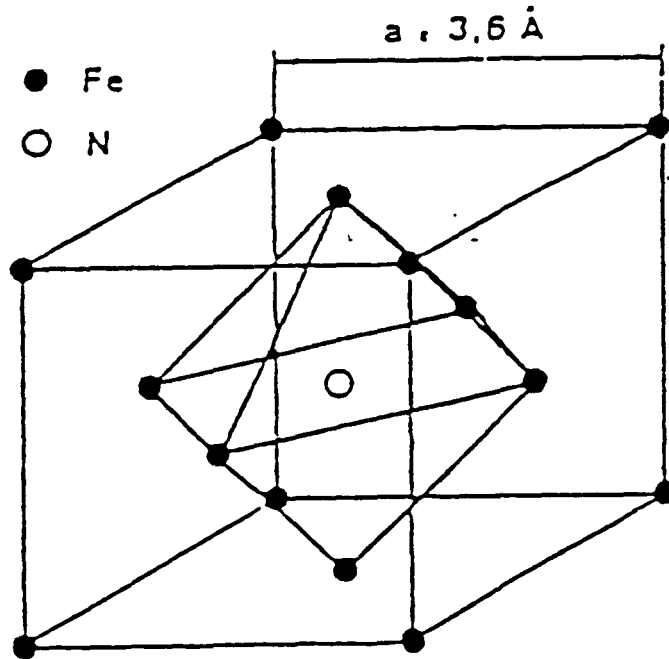


Figure I.28 : Azote interstitiel dans la maille CFC de l'austénite, d'après [Degallaix et Foct, 1987].

L'azote se trouve en conséquence, dans un acier duplex, fortement concentré dans la phase austénitique ; par suite, l'addition d'azote dans les aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques va influencer essentiellement la phase austénitique et modifier ainsi le comportement par déformation plastique de la structure composite. Le taux (h) de durcissement attribué à l'azote est beaucoup plus important dans la phase ferritique (h_{α}) que dans la phase austénitique (h_{γ}), comme le montrent les figures I.29 (a) et (b) définissant l'effet des différents éléments d'alliage sur la limite d'élasticité dans les aciers ferritiques d'une part (a), austénitiques d'autre part (b) ; ces durcissements sont respectivement [Pickering, 1983] :

$$h_{\gamma} \approx 8 \text{ MPa} / 0,01 \% \text{ N}$$

$$h_{\alpha} \approx 30 \text{ MPa} / 0,01 \% \text{ N}$$

On remarquera bien que le diagramme concernant la ferrite est défini en % pds d'éléments d'addition tandis que le diagramme concernant l'austénite est défini en % atomique d'éléments d'addition.

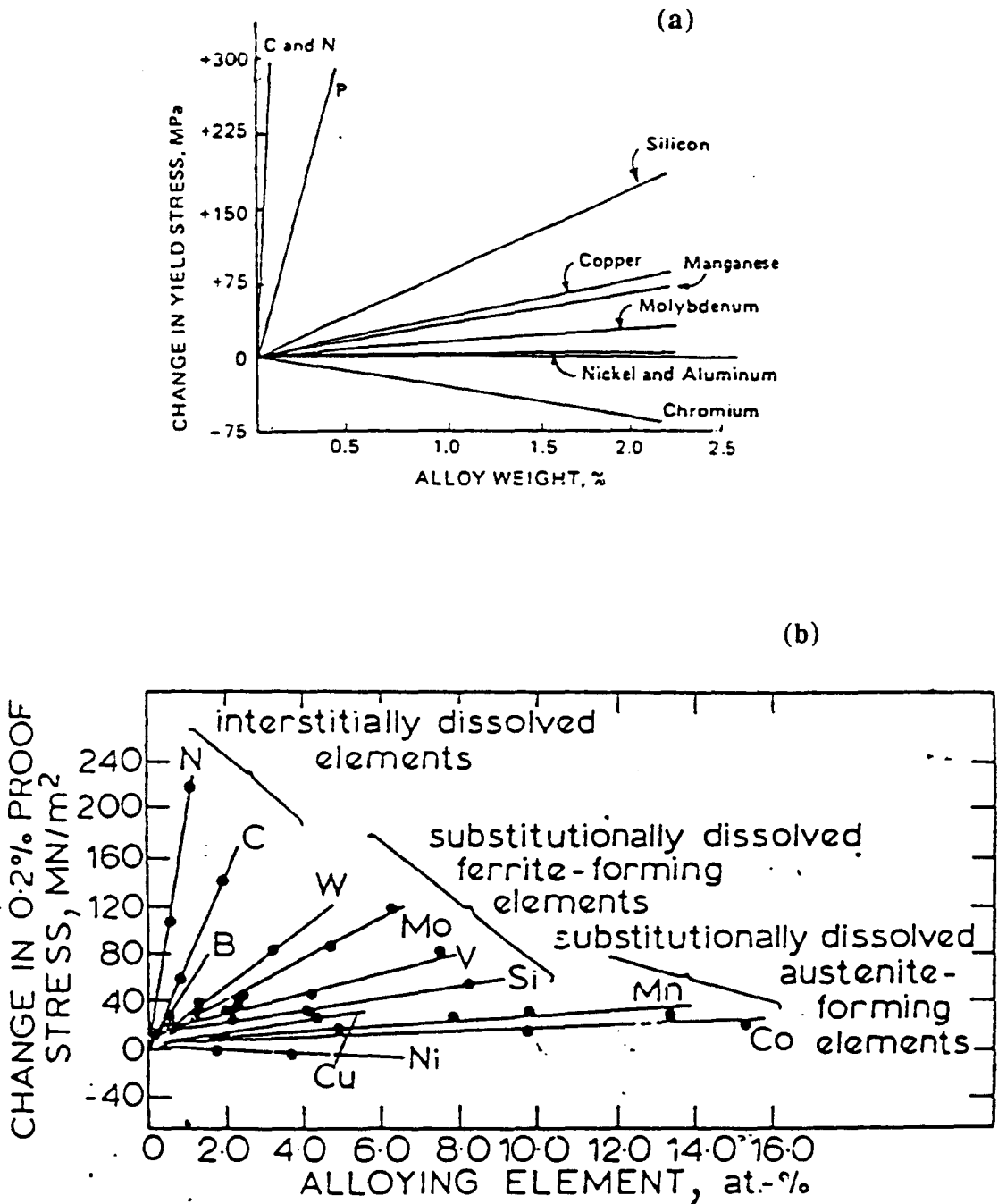


Figure I.29 : Effet de durcissement par solution solide dans les aciers inoxydables, (a) ferritiques et (b) austénitiques, d'après [Pickering, 1983].



I.1.6.2.2 - Influence de l'azote sur la stabilité structurale de la structure duplex

La phase austénitique de l'acier duplex, après hypertrempe, n'est pas parfaitement stable vis à vis des transformations de phases. La stabilité de la phase γ est essentiellement due au nickel. Toutefois il est possible de remplacer cet élément coûteux par d'autres éléments gammagènes. L'azote joue ce rôle ; élément peu coûteux, il permet à la fois de stabiliser et de durcir la phase austénitique. Le pouvoir gammagène de l'azote est très supérieur (25 fois plus) à celui du nickel [Masumoto et Imai, 1969]. Par ailleurs, si la solubilité de l'azote dans l'austénite est limitée, elle peut être accrue par des additions de manganèse [Masumoto et Imai, 1969]. L'addition d'azote combinée à celle du manganèse constitue une alternative aux additions de nickel. L'accroissement de la teneur en azote dans les aciers duplex favorise la formation et la stabilité de la phase austénitique en élargissant le domaine biphasé ($\alpha + \gamma$), comme le montre la figure I.30, et retarde la précipitation des carbures et des composés intermétalliques tels que la phase χ et la phase σ . Cet effet important de stabilisation de la phase austénitique par l'azote est particulièrement important aux hautes températures, ce qui est essentiel pour les propriétés de soudage de ces aciers. Cet effet de l'azote sur la précipitation des carbures et des composés intermétalliques a une autre conséquence : il retarde la perte de résilience au cours d'un traitement de recuit isotherme, surtout dans le domaine de la température critique [Desestret et Charles, 1990 ; Charles, 1991].

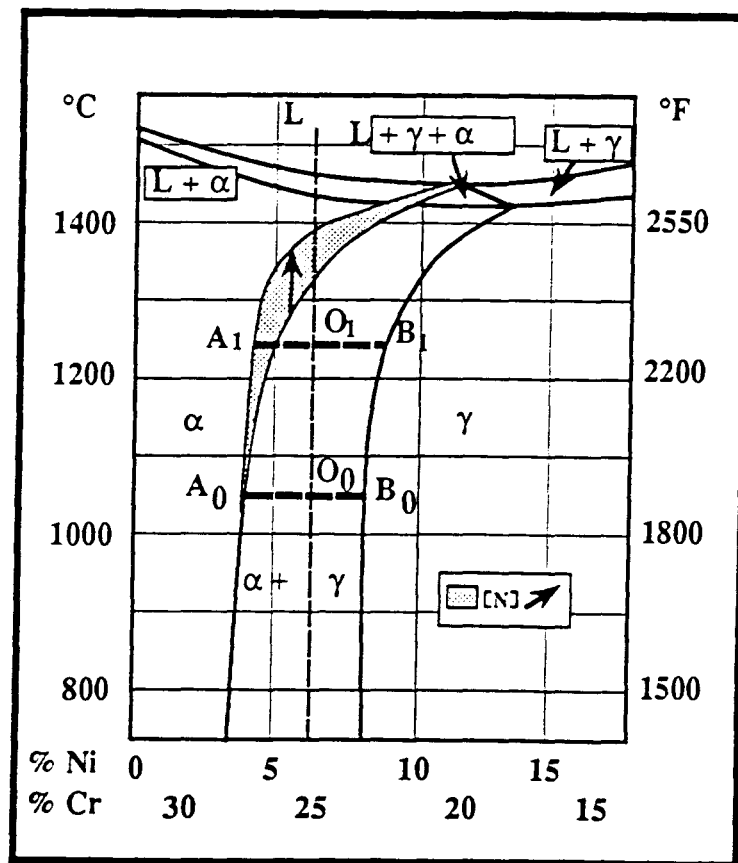


Figure I.30 : Schématisation de l'effet de l'azote sur le diagramme de phase Cr - Ni - 68 Fe, d'après [Charles, 1991 (b)].

Le fort effet de l'azote, en tant que stabilisateur de l'austénite dans un acier duplex, a été en particulier mis en évidence par Lardon et al. (1988) : l'augmentation de la teneur en azote de 0,17 % à 0,40 % permet d'abaisser la teneur en ferrite de 85 à 40 % à la température d'hypertrempe de 1200°C pour des aciers à teneurs comparables en molybdène. La figure I.31 montre les variations de la teneur en phase ferritique avec la température d'hypertrempe, pour trois aciers à différentes teneurs en azote.

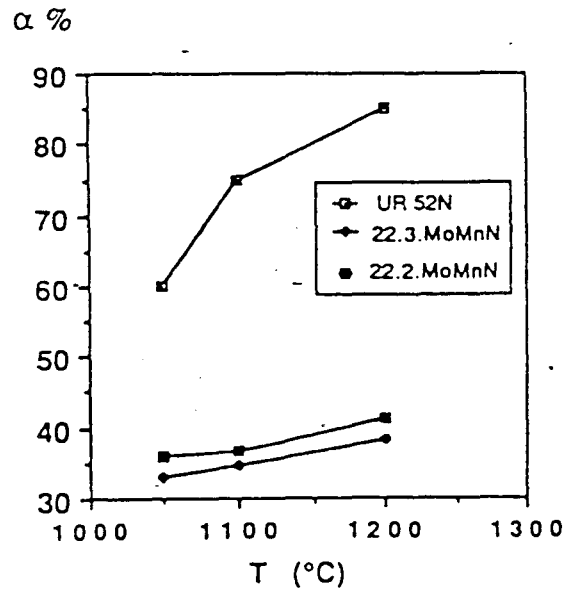


Figure I.31 : Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe et de la teneur en azote des aciers duplex. UR 52N (0,17 %N), 22.3.MoMnN (0,4 % N) et 22.2.MoMnN (0,4 % N), d'après [Lardon et al., 1988].

I.1.6.2.3 - Effet de l'azote sur le durcissement de l'austénite

Le durcissement de la phase austénitique des aciers duplex par addition d'azote s'explique, comme dans les aciers austénitiques, par un durcissement de solution solide interstitielle et par l'existence de zones d'ordre à courte distance. Par des analyses à la microsonde (Atome Probe Ions Field (ATPIF)) des grains austénitiques des aciers inoxydables duplex, Wahlberg et al. (1987; 1988) confirment l'existence des composés Cr-N et/ou Mo-N.

Ces mêmes auteurs ont effectué des mesures de microdureté dans les deux phases austénitique et ferritique de trois aciers duplex de différentes teneurs en azote (0,05 , 0,13 et 0,2 %N) et montré que la microdureté de chacune des phases varie linéairement avec la teneur en azote (figure I.32). La microdureté de la phase austénitique augmente plus rapidement que celle de la phase ferritique ; et au delà d'une certaine teneur en azote ($\approx 0,12$ %) l'austénite devient plus dure que la ferrite. Ceci est dû à la plus forte solubilité de l'azote

dans la phase austénitique comparée à celle dans la phase ferritique. Néanmoins, il faut rappeler que ces mesures ont été effectuées en appliquant une faible charge de 5 g, en raison de la faible taille des îlots d'austénite et de ferrite, ce qui peut rendre les résultats peu fiables.

De plus, le taux d'écroissage de l'austénite est plus important que celui de la ferrite. Au début de la déformation, la phase austénitique est moins dure, en l'absence d'azote, que la phase ferritique, mais au fur et à mesure de l'écroissage, l'austénite durcit et devient, à un certain moment, plus dure que la ferrite. Ces phénomènes devraient jouer un important rôle sur la plasticité, monotone et cyclique, des aciers inoxydables austéno-ferritiques, et par conséquent sur leur comportement et endommagement en fatigue oligocyclique.

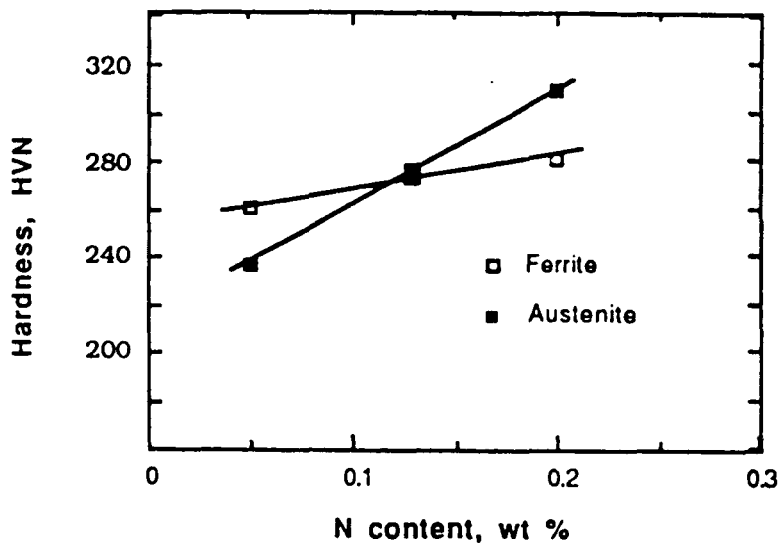


Figure I.32 : Variation de la microdureté des phases austénitique et ferritique des aciers duplex (Saf 2205) en fonction de la teneur en azote, d'après [Wahlberg et Dunlop, 1987].

I.1.6.2.4 - Effet de l'azote sur la déformation cyclique

Si l'azote permet d'obtenir un important durcissement de la phase austénitique et d'inverser le comportement mécanique entre les deux phases, il joue aussi un rôle important sur les modes de déformation plastique des aciers duplex, comme dans les aciers austénitiques cités précédemment. L'influence de l'azote sur la déformation des aciers duplex se manifeste essentiellement par son influence sur la déformation de la phase austénitique. Comme il a été mentionné précédemment, l'azote durcit et donc améliore la

limite d'élasticité de la phase austénitique, qui peut devenir, au delà d'une certaine teneur en azote, plus dure que la phase ferritique. Ainsi, l'addition d'azote aux aciers inoxydables duplex va essentiellement influencer la sous-structure des dislocations dans la phase austénitique. Les mécanismes d'endommagement dans les aciers duplex dépendent, en conséquence, de la phase considérée et de la teneur en azote présente. Ce point sera largement évoqué et discuté dans le chapitre III.

Seuls Lardon (1986), Magnin et al. (1988 (a) et (b)) et Foct et al. (1991) ont étudié l'endommagement en fatigue-corrosion d'un acier austéno-ferritique (Uranus 50) faiblement chargé en azote (0,07 % N). Ils ont constaté que l'alliage biphasé se comporte comme sa phase austénitique (moins dure que la phase ferritique dans ce cas) à faible niveau de déformation et comme sa phase ferritique à haut niveau de déformation. Ils ont alors observé un amorçage de fissures dans l'austénite à faible déformation plastique, et dans la ferrite à haut niveau de déformation.

Peu d'études ont porté sur l'influence de l'azote sur la sous-structure des dislocations des aciers inoxydables duplex. A notre connaissance, seuls Xia et Wang (1992) ont étudié le comportement en fatigue plastique des aciers inoxydables austéno-ferritiques type Fe-Cr-Mn (17 % Cr- 14% Mn-0,25 % N). Par conséquent, il existe à ce jour un manque évident en études de la déformation plastique cyclique et des microstructures de dislocations des aciers duplex à l'azote.

I.2 - Endommagement en fatigue oligocyclique

I.2.1 - Introduction

Afin d'analyser et de comprendre l'endommagement et la résistance à la fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austéno-ferritiques, il apparaît indispensable de rappeler les mécanismes microstructuraux de déformation plastique observés dans différents matériaux et alliages métalliques. Ceci nous permettra de réaliser un lien entre l'évolution de la microstructure et le comportement mécanique macroscopique. Il est aussi d'une grande importance de rappeler les principaux facteurs, métallurgiques, physiques, mécaniques ou microstructuraux, qui peuvent avoir une influence sur les mécanismes d'endommagement par fatigue plastique.

A température ambiante, les mécanismes d'endommagement sous sollicitations cycliques se développent par déformation plastique localisée, à commencer par la surface limite du métal, laquelle est soumise à un état de contraintes planes, propice à un écoulement plastique. Par conséquent, c'est à la surface des matériaux que se développera le premier endommagement par déformation plastique qui conduira à l'amorçage de fissures. La(es) fissure(s) ainsi amorcée(s) part(ent) de la surface des matériaux pour se propager vers l'intérieur de la pièce. Néanmoins, en fatigue plastique oligocyclique, l'éprouvette est macroscopiquement déformée plastiquement dans la masse, comme le montrent les boucles d'hystérésis $\sigma - \epsilon$.

Pour solliciter un matériau dans le domaine de la fatigue plastique, il est donc nécessaire de conduire des essais durant lesquels une déformation plastique notable est appliquée à chaque cycle, c'est à dire dans le domaine correspondant aux contraintes supérieures à la limite d'élasticité. Les essais de fatigue plastique oligocyclique sont ainsi conduits, en général, soit à déformation totale imposée, soit à déformation plastique imposée et parfois, mais rarement, à contrainte imposée.

Au cours d'un essai de fatigue plastique oligocyclique, la durée de vie d'un matériau peut être décomposée en trois phases distinctes : une première phase dite d'accommodation, durant les premiers cycles, où le matériau se consolide et sa structure évolue de façon à s'adapter à la déformation qui lui est imposée ; puis une seconde phase dite de stabilisation, la plus longue, où la contrainte varie peu ou pas, et qui correspond à un équilibre entre les dislocations nouvellement créées et les dislocations annihilées, et à la localisation et propagation lente de microfissures en surface ; et enfin une dernière phase de chute de la

contrainte en traction, correspondant à la propagation rapide d'une ou de deux macrofissures conduisant à la rupture finale.

De plus, il est couramment admis dans les essais de fatigue oligocyclique que la phase d'amorçage couvre la phase d'accommodation et la phase de stabilisation de la contrainte. La phase dite de propagation ne couvre que la partie de chute de contrainte en traction avant rupture finale. Cependant, il faut noter que la transition entre les deux phases ne peut être parfaitement définie [Rabbe, 1980] et la notion d'amorçage des fissures dépend des critères employés.

Comme la durée de vie totale utilisée dans les courbes de Manson-Coffin intègre à la fois le temps nécessaire à l'amorçage et celui correspondant à la propagation de fissures, il s'avère nécessaire de bien distinguer entre chacune des périodes de la durée de vie. Le suivi de l'évolution microstructurale d'un matériau dans chacune des périodes de la durée de vie permet une bonne compréhension du comportement mécanique macroscopique.

I.2.1.1 - Phase d'accommodation

L'accommodation cyclique, durant laquelle le matériau s'accommode à la déformation (ou à la contrainte) qu'on lui impose, apparaît au cours des premiers cycles d'un essai de fatigue oligocyclique. Notre étude de l'accommodation cyclique consiste à examiner l'évolution de la contrainte maximale atteinte en fin de chaque demi-boucle en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de déformation imposée. Lors du cyclage en fatigue plastique, le matériau se durcit s'il est à l'état recuit, et s'adoucit en général si le taux de prédéformation est supérieur à la déformation appliquée, s'il est à l'état prédéformé [Pineau, 1976 ; Pineau et Petrequin, 1980]. Dans le cas des matériaux recuits, le durcissement rapide peut être suivi par un adoucissement avant d'atteindre la phase de stabilisation. Le comportement d'accommodation d'un matériau est, en fait, fonction de la mémoire qu'il garde de son histoire mécanique et microstructurale antérieure.

Les caractéristiques microstructurales d'un comportement de durcissement d'accommodation, puis celles d'un comportement d'adoucissement d'accommodation sont décrites dans les paragraphes ci-dessous.

I.2.1.1.1 - Durcissement cyclique

Dans le cas d'un durcissement d'accommodation, on observe, pour un essai à déformation imposée, une augmentation de l'amplitude de la contrainte. Le matériau continue

à se durcir avec la répétition de la déformation plastique, jusqu'à atteindre une valeur maximale de la contrainte, et le stade de durcissement est alors achevé. Toutes les observations suggèrent que ce stade est régi par un phénomène de multiplication des défauts. En effet, la répétition de la déformation plastique amène les dislocations à s'accumuler dans des bandes sous l'effet de mécanismes locaux de blocage. Les dislocations mobiles étant bloquées dans ces bandes, de nouvelles sources appartenant tout d'abord au système de glissement primaire doivent être alors activées afin d'accommoder la déformation plastique appliquée ; ceci a pour conséquence l'augmentation de la densité des dislocations et la réduction de la distance de glissement. Les joints de grains jouent aussi un rôle essentiel dans ce processus de blocage de dislocations. La contrainte augmentant, de nouveaux systèmes de glissement, orientés initialement de façon moins favorable, et le glissement dévié des dislocations peuvent être activés ; il est ainsi possible d'obtenir progressivement un arrangement en cellules à trois dimensions, résultant du glissement multiple et du glissement dévié.

Ce phénomène se produira d'autant plus facilement que la déformation plastique appliquée est plus élevée. Dans ce régime de durcissement rapide, les mécanismes de consolidation s'apparentent à ceux qui existent en déformation monotone ; la déformation en traction, comme celle en compression, produit des défauts. On peut penser que, comme en déformation monotone, l'accroissement de la contrainte nécessaire pour poursuivre l'accumulation de la déformation plastique est relié à la densité de dislocations ρ et s'écrit $\sigma = A \sqrt{\rho}$ [Feltner et Laird, 1967]. En outre, une partie du durcissement observé peut également être due à la création de défauts ponctuels, par des processus d'interactions mutuelles entre les dislocations, avec l'augmentation de la déformation plastique cumulée [Polak, 1991].

I.2.1.1.2 - Adoucissement cyclique

Les matériaux initialement écrouis, ou durcis par précipitation, ainsi que ceux ayant subi une transformation martensitique, manifestent un adoucissement cyclique [Pineau, 1976, 1980 ; Klesnil et Lukas, 1980 ; Feltner et Laird, 1967]. Le durcissement monotone est dû à la présence effective d'obstacles aux mouvements des dislocations, tandis que l'adoucissement cyclique s'explique par l'effacement progressif de ces obstacles. Le taux et la cinétique de cet adoucissement dépendent alors essentiellement de la stabilité de ces obstacles vis à vis du mouvement des dislocations.

En effet, Pineau (1976, 1980) a montré que le comportement en fatigue d'un alliage Waspaloy (alliage à base du nickel) durci par précipitation de la phase γ (Ni_3TiAl) dépend

de la taille des précipités. Il a alors distingué entre les particules de grandes dimensions ($\phi \approx 900 \text{ \AA}$) et les petites particules ($\phi \approx 80 \text{ \AA}$). Il constate que dans le cas de petites particules qui peuvent être pénétrées par les dislocations (cisaillement), la phase d'accommodation consiste en un durcissement initial, suivi d'un adoucissement. En revanche, si les particules ne peuvent qu'être contournées par les dislocations (pas de cisaillement), le comportement d'accommodation se traduit alors par un durcissement intense.

I.2.1.2 - Phase de saturation

Au bout d'un certain temps, la contrainte maximale n'évolue plus ou très peu ; on atteint alors l'état de saturation. Le plus souvent, le régime stable est atteint d'autant plus rapidement que l'amplitude de la déformation imposée au cours de l'essai est importante [Pineau, 1976]. Cela correspond à un état d'équilibre entre le nombre de dislocations qui se créent et le nombre de dislocations qui s'annihilent au cours de la déformation plastique [Magnin et al., 1984 (b) et (c)]. Cet état de saturation occupe la majeure partie de la durée de vie d'un matériau. Au cours de cette phase, la déformation plastique, localisée, s'intensifie jusqu'à l'amorçage de microfissures. En fait, les deux premiers stades de l'endommagement cyclique (stade d'accommodation et stade de saturation) correspondent à une phase de localisation de la déformation plastique cyclique et d'amorçage et propagation de microfissures en surface. Ce phénomène de localisation est essentiel en fatigue et différencie généralement le comportement en fatigue du comportement en traction monotone.

Bien que de fortes déformations puissent être accumulées, les observations ont montré que la sous-structure de dislocations ne se modifie quasiment plus au cours de la phase de saturation. Ceci a conduit plusieurs auteurs à suggérer que, dans le domaine de la fatigue à forte amplitude, la déformation imposée est accommodée par le mouvement en aller et retour des dislocations à l'intérieur des cellules. La structure cellulaire est d'autant mieux établie que la déformation plastique appliquée est importante. La taille des cellules diminue avec l'augmentation de la déformation plastique [Pratt, 1967], ce qui a amené certains auteurs à établir une relation entre la taille des cellules formées et le niveau de déformation plastique appliquée [Pineau et Petrequin, 1980].

Les cellules typiques de la fatigue à forte amplitude ont des caractéristiques différentes de celles associées à la traction monotone. Les cellules en fatigue sont mieux formées, et leurs parois plus étroites qu'en déformation monotone. En fatigue, les parois des cellules contiennent plus de boucles et de dipôles et renferment moins d'enchevêtrements de dislocations. Dans le domaine des faibles amplitudes, la déformation plastique est moins

homogène ; elle est localisée dans les bandes de glissement intenses. Quelques cellules imparfaites peuvent exister, de taille plus importante qu'à haut niveau de déformation.

D'autre part, un autre facteur important en fatigue est le degré de réversibilité de la déformation plastique, entre traction et compression. Cette réversibilité est étroitement liée à la possibilité qu'ont les dislocations de s'annihiler grâce au glissement dévié [Magnin, 1984 (b) et (c)]. Si le glissement dévié est difficile, il n'y aura pas annihilation des dislocations. Cela conduira, à la surface du matériau, à des déplacements de matière faibles et donc à des perturbations limitées en surface ; ceci entraîne une bonne tenue à la fatigue. En revanche, si le glissement dévié est favorisé, les déplacements de matière en surface seront plus importants et les irrégularités de surface seront aussi plus importantes, induisant de fortes perturbations qui conduisent à une réduction notable de la durée de vie.

A la phase de saturation on fait correspondre ce qui est appelée la courbe d'écrouissage cyclique, à savoir la courbe définissant le niveau de l'amplitude de la contrainte stabilisée en fonction du niveau de l'amplitude de déformation plastique $\sigma_a = f(\epsilon_{pa})$ ou totale ou $\sigma_a = f(\epsilon_{ta})$; elle est exprimée le plus souvent sous la forme :

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

où K' et n' sont appelés respectivement coefficient et exposant d'écrouissage cyclique ; σ_a et ϵ_{pa} sont pris au cycle stabilisé, généralement défini à 50 % de la durée de vie. Cette courbe peut être comparée à la courbe de traction monotone.

I.2.1.3 - Phase de propagation

En fatigue à température ambiante, des microfissures s'amorcent généralement en surface, se propagent en surface puis coalescent avant de conduire à une (ou deux) fissure macroscopique qui va alors se propager en profondeur. Dès que cette macrofissure atteint une taille critique, son comportement peut être décrit par les lois de la mécanique de la rupture [Bathias, 1980]. La propagation de cette fissure macroscopique se traduit par une chute rapide de la contrainte cyclique en traction, et conduit à la rupture du matériau.

I.2.2 - Déformation plastique cyclique

La plasticité des métaux résulte essentiellement d'un phénomène de glissement des dislocations. Le glissement des dislocations s'effectue en général dans les plans denses du réseau cristallin, suivant les directions denses. Dans les métaux à structure cubique à faces centrées (CFC), les glissements apparaissent suivant les directions $\langle 011 \rangle$ dans les plans

{111}. Dans les métaux à structure cubique centrée (CC), les glissements se font suivant les directions $\langle 111 \rangle$ dans les plans {112}, {011} et {123}. Dans les CFC, le vecteur de Burgers est défini par $\vec{b} = \frac{a_{\text{cfc}}}{2} [011]$, et dans les CC par $\vec{b} = \frac{a_{\text{cc}}}{2} [111]$, où a_{cfc} et a_{cc} sont les paramètres de la maille CFC et CC respectivement. Pour la structure cubique centrée, les plans de glissement s'activent habituellement simultanément, conduisant à l'apparition de lignes de glissement ondulées à la surface de l'échantillon.

Une dislocation est dite vis si la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers sont parallèles, et coin si ils sont orthogonaux entre eux. Les glissements plans sont possibles seulement dans le cas où les plans de glissement contiennent à la fois la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers. Par conséquent, une propriété importante des dislocations vis est qu'elles sont capables de changer de plan de glissement, par glissement dévié, alors que les dislocations coins sont confinées à un glissement planaire simple.

Comme il a été mentionné précédemment, la réversibilité de la déformation plastique entre traction et compression joue un rôle primordial en fatigue plastique. En fait, la localisation de la déformation plastique et son caractère réversible ou non, dépendent de la structure cristallographique du matériau. Dans les aciers duplex les deux structures cristallines coexistent, et par conséquent le mode de déformation diffère d'une phase à l'autre.

I.2.2.1 - Influence de la structure

I.2.2.1.1 - Structure CFC

La plupart des études de microstructures de déformation plastique ont été conduites sur des monocristaux de métaux purs de structure CFC, tels que le cuivre [Mughrabi et al., 1979] et l'aluminium [Lukas et al., 1974], ou des alliages Cu-Zn et Cu-Al [Polak et al., 1974 ; Lee et Laird, 1982]. Dans ce cas, un des facteurs essentiels qui peuvent influencer le mode de déformation et déterminent la microstructure des dislocations (fonction de l'amplitude de la déformation plastique appliquée) est l'énergie de faute, ou défaut, d'empilement (EFE), notée γ , elle-même probablement dépendante de la température et des éléments d'alliage (figure I.33 et I.34). Une augmentation de la température augmente l'EFE dans les alliages CFC comme dans la plupart des matériaux [Rémy et al., 1978]. L'effet des éléments interstitiels tels que le carbone et l'azote est controversé comme il a été mentionné précédemment. Néanmoins, il est incontestable que l'azote accentue le caractère plan de la déformation plastique.

Une faible énergie de faute d'empilement favorise la création de dislocations partielles et gêne le glissement dévié ; la structure de dislocations a tendance à devenir planaire. La déformation plastique est alors hétérogène et se localise dans des bandes de glissement constituées d'un amas de lignes de glissement qui apparaissent pendant le stade d'accommodation cyclique.

En revanche une forte énergie de faute d'empilement favorise le glissement dévié et attribue un degré de liberté supplémentaire aux dislocations vis, rendant ainsi la microstructure des dislocations tridimensionnelle et plus homogène. Des bandes de glissement dites persistantes (BGP) apparaissent alors à la surface. Les bandes de glissement persistantes sont formées suite à l'effondrement de la structure des veines de la matrice et à son réarrangement en structure mixte : veines et structure en échelle (figure I.35). La fraction volumique de ces bandes croît avec la déformation plastique, et la déformation dans ces bandes est beaucoup plus importante que celle régnant dans la matrice ; autrement dit, toute la déformation plastique s'y trouve localisée. La microstructure des BGP conduit à une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression, due à une annihilation importante des dislocations vis par glissement dévié et à un amorçage rapide des microfissures par des mécanismes d'intrusions-extrusions.

Toutefois, en règle générale, il est plus correct, pour comparer deux matériaux, d'utiliser la quantité adimensionnelle $\frac{\gamma}{\mu b}$, où μ est le module de cisaillement et b le module du vecteur de Burgers [Magnin, 1984 (b) et (c)].

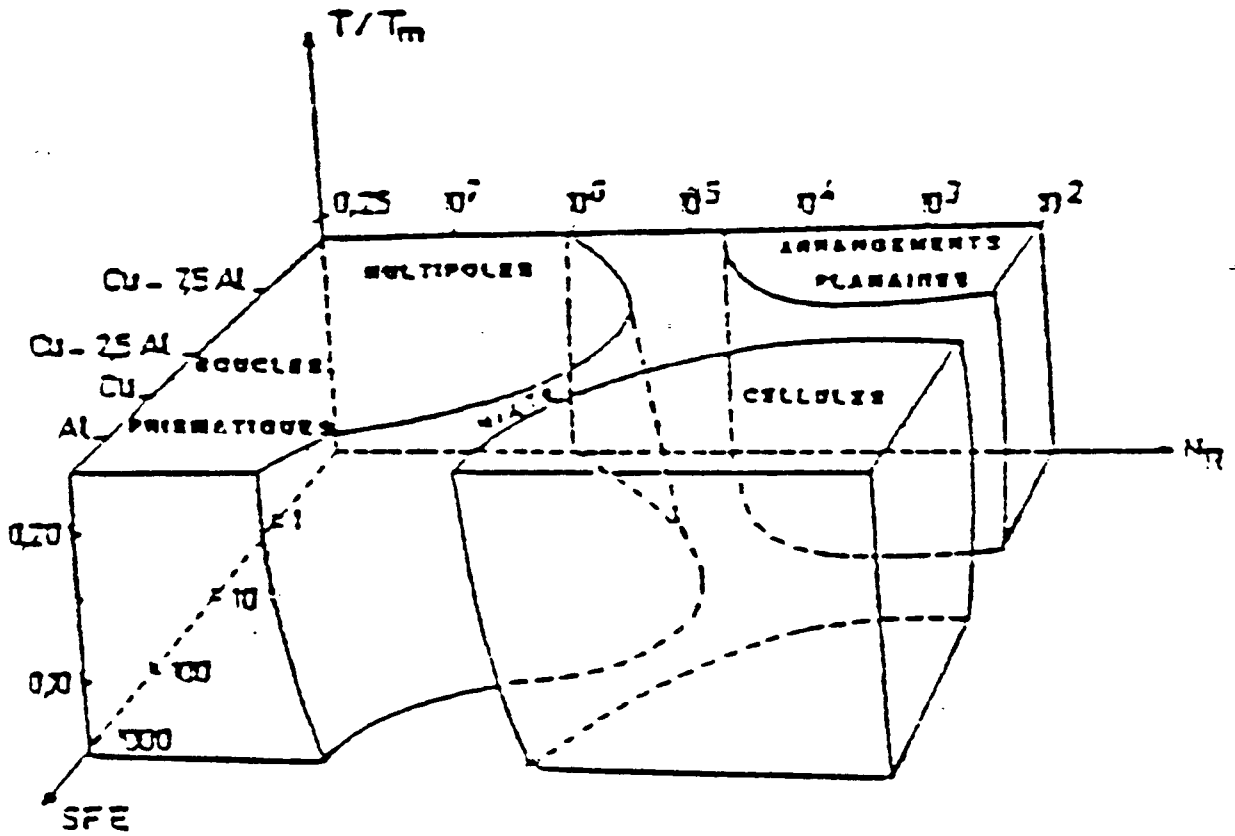


Figure I.33 : Configuration de la microstructure de dislocations en fonction de la température, de l'énergie de faute d'empilement (SFE), et de la déformation plastique, d'après [Feltner et Laird, 1967].

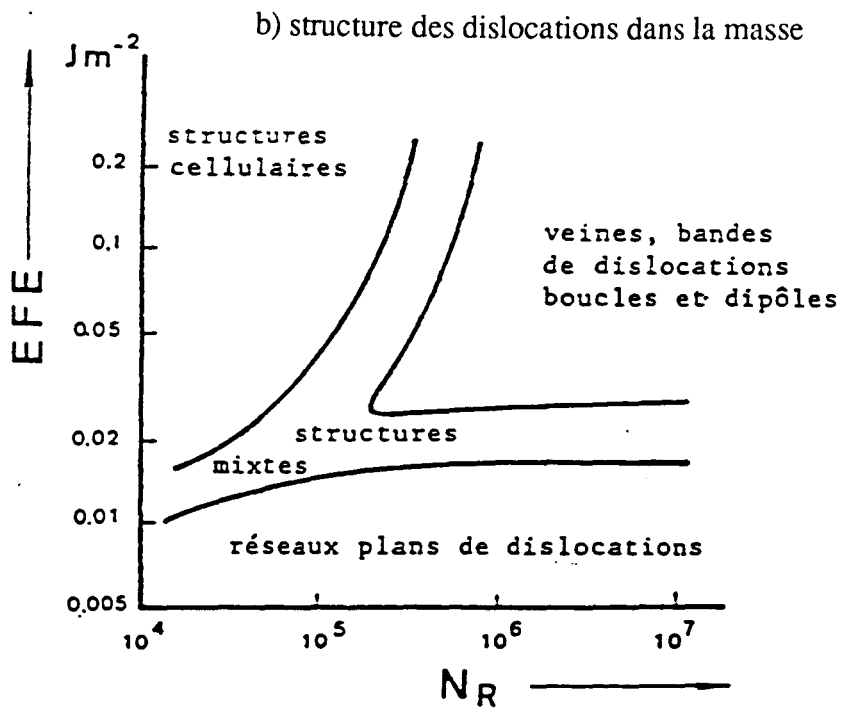
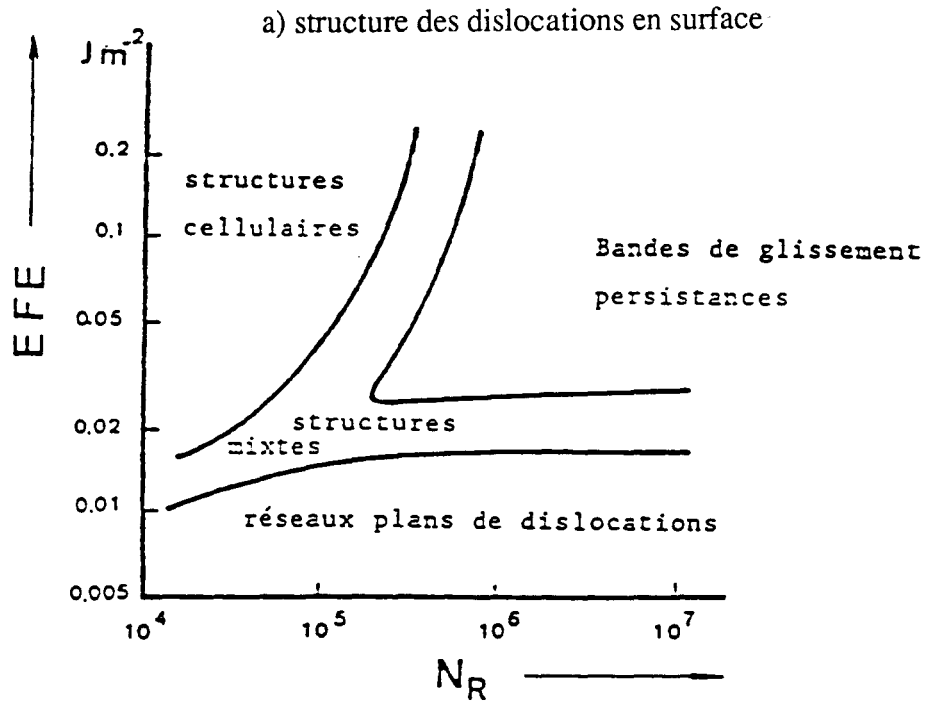


Figure I.34 : Structures de dislocations en fatigue en fonction du nombre de cycles à rupture et de l'énergie de faute d'empilement, d'après [Klesnil et Lukas, 1980].

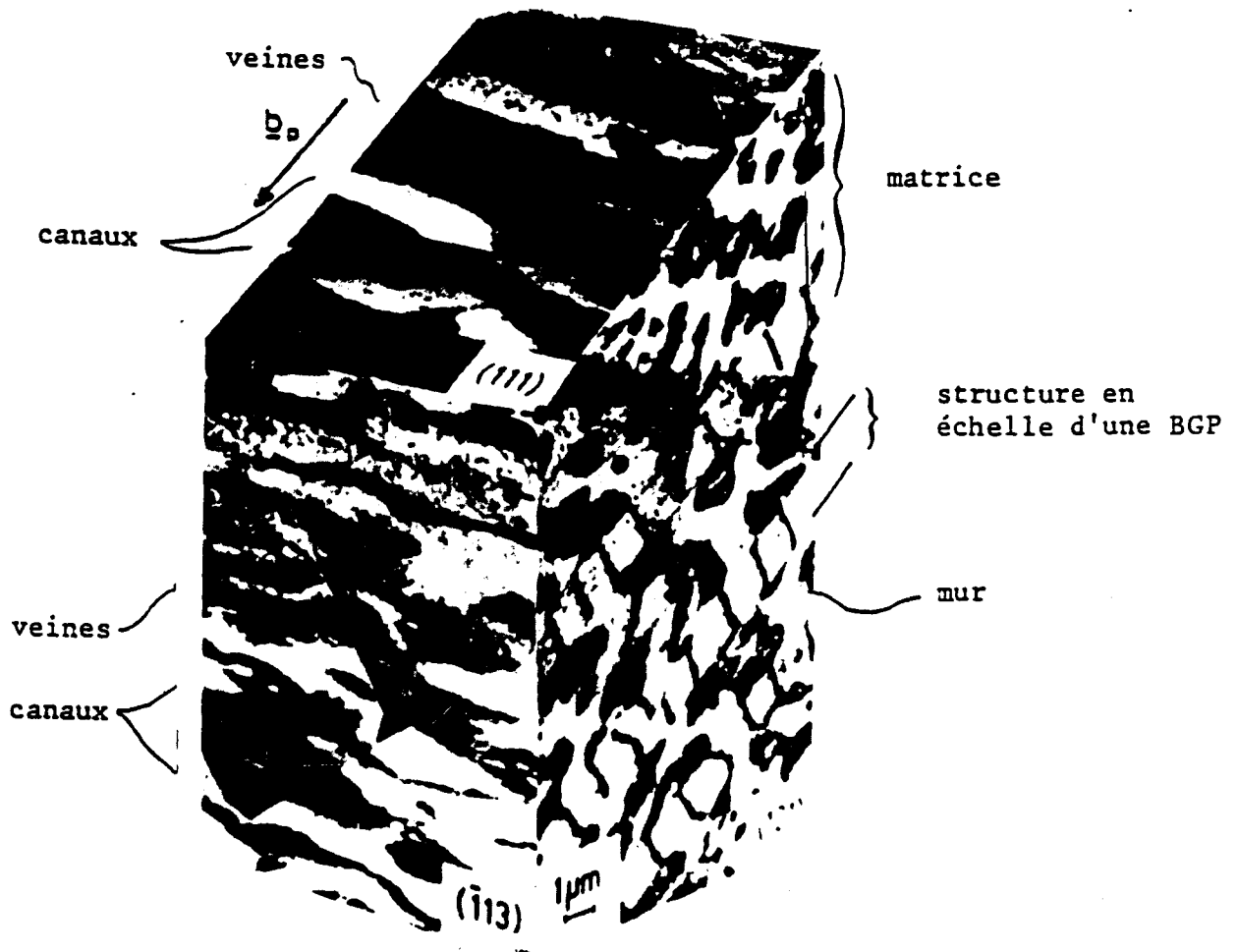


Figure I.35 : Reconstruction tridimensionnelle de la sous-structure de dislocations d'un monocristal de cuivre cyclé à $\gamma_p = 1,5 \cdot 10^{-3}$ jusqu'à saturation, d'après [Mughrabi et al., 1979].

I.2.2.1.1 - Structure CC

Dans la structure CC, les dislocations vis contrôlent la déformation. Contrairement à ce qui se passe dans les métaux CFC, la contrainte d'écoulement des alliages CC dépend fortement de la température et de la vitesse de déformation [Magnin et al., 1984 (a), (b) et (c), 1985, 1989 ; Magnin et Coudreuse, 1985]. Ce fait est lié au rôle particulier des dislocations vis $\vec{b} = \frac{a}{2} [111]$ dans le réseau CC. La faible mobilité de leur structure de coeur est à l'origine de fortes forces de friction du réseau (contraintes de Peierls) qui dépendent fortement de la température (activation thermique). Par contraste, les dislocations coins et mixtes sont plus mobiles aux faibles contraintes que les dislocations vis, comme dans le cas des métaux CFC, et leur mobilité dépend peu de la température. Pour cela, la contrainte appliquée σ peut être décomposée en deux termes : un terme "athermique" σ_i , appelé contrainte interne et correspondant à l'interaction élastique à longue distance entre dislocations, et un terme "thermique" σ^* , appelé contrainte effective, dépendant de la température (figure I.36) et de la vitesse de déformation, qui rend compte de l'effet des obstacles à courte distance, c'est-à-dire essentiellement de la friction de réseau, sur les dislocations vis.

Si l'activation thermique est faible (température basse et/ou vitesse de déformation élevée), la mobilité des dislocations vis est faible et inférieure à celle des dislocations coins et σ^* est élevée. Alors, aux faibles valeurs de la déformation plastique, la déformation cyclique est accommodée par le glissement des dislocations coins. Ce comportement correspond à un régime quasi-réversible des dislocations mobiles autres que vis. Le durcissement cyclique disparaît alors presque complètement. Lorsque la déformation cyclique augmente, les dislocations coins ne suffisent plus à accommoder la déformation cyclique appliquée et le glissement des dislocations vis apparaît. Les propriétés particulières de ces dislocations entraînent une asymétrie de glissement entre traction et compression.

En revanche, si l'activation thermique est élevée (cas des essais à température élevée ou à vitesse de déformation faible), le glissement dévié des dislocations vis est favorisé, et le comportement des alliages CC tend alors à ressembler à celui des alliages CFC à forte EFE. Dans ce cas, il y a formation de bandes de glissement persistantes, qui entraînent une irréversibilité de la déformation entre traction et compression, et donnent un amorçage transgranulaire des fissures dans ces bandes.

Par ailleurs, il a été observé qu'à température ambiante, les aciers inoxydables ferritiques type Fe-26Cr-1Mo-5Ni se déforment également par maclage [Magnin et Moret, 1982 ; Magnin et al., 1984 ; Coudreuse 1985] (figure I.37). Néanmoins, il faut noter qu'en

général, le maillage n'intervient qu'à basse température. Ils ont attribué ce mode de déformation par maillage à l'introduction du nickel dans la matrice ferritique, qui entraîne une augmentation des forces de friction de réseau ; le glissement des dislocations est alors rendu plus difficile. Ce mode de déformation par maillage conduit à un amorçage transgranulaire des microfissures. En déformation cyclique, le maillage apparaît au cours des premiers cycles, pour laisser place ensuite au mode de déformation par glissement [Lardon, 1986 ; Magnin et al., 1988 (a) ; Foct et al., 1991] ; ils ont également constaté que la déformation accumulée par maillage dépend de la vitesse de déformation imposée, mais ne dépend pas de la déformation plastique appliquée.

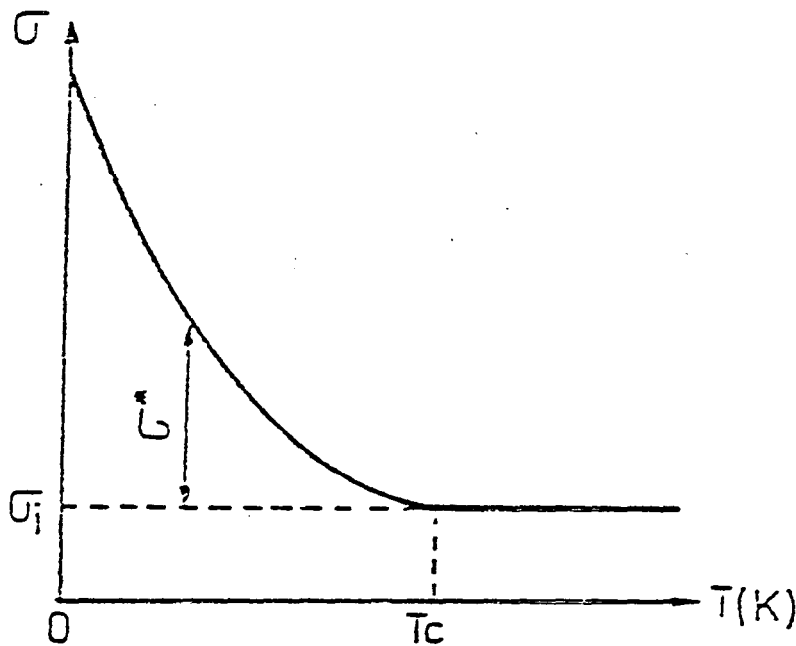


Figure I.36 : Influence de la température sur la contrainte effective σ^* , d'après [Feltner et Laird, 1967].

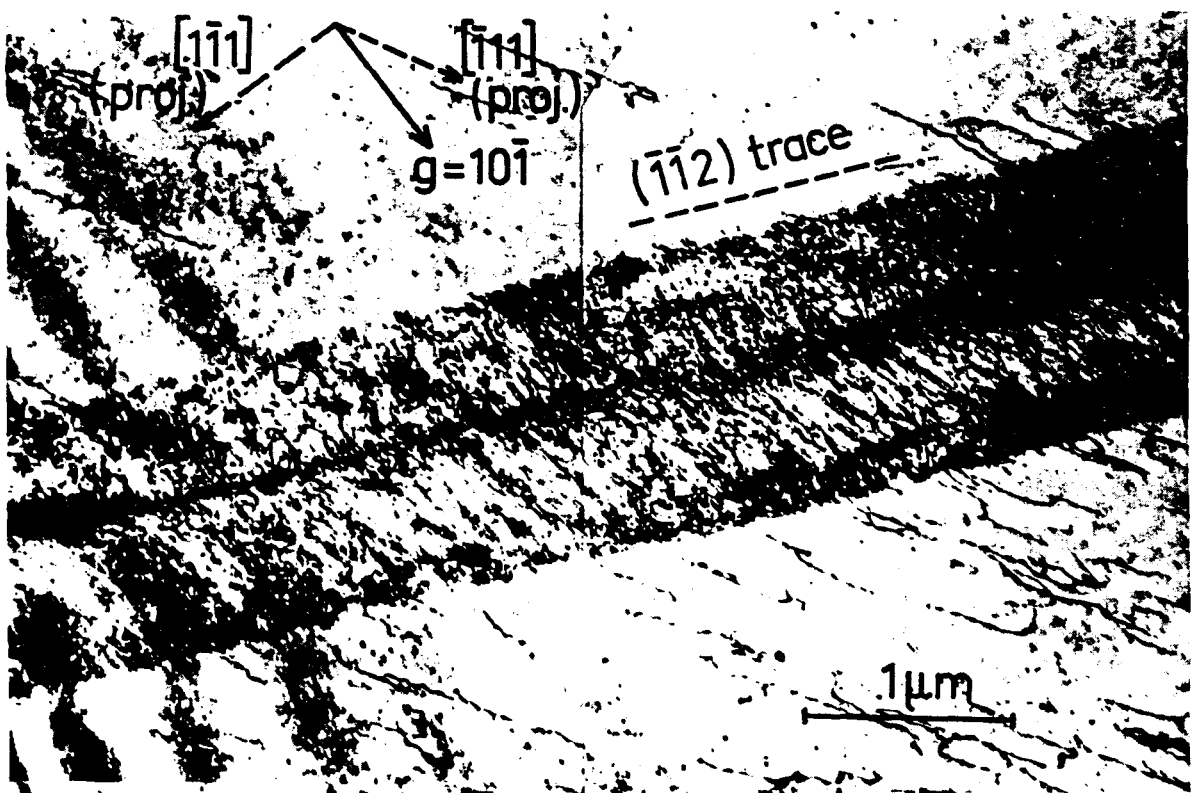


Figure I.37 : Macle $\{112\} \langle 111 \rangle$, dans un échantillon Fe-26Cr-5Ni-1Mo déformé à 1 % en traction à température ambiante, d'après [Magnin et al., 1988 (a)].

I.3 - Conclusions

Dans ce chapitre ont été rappelées les différentes propriétés (structurales, mécaniques, de corrosion et en soudage) des aciers inoxydables austéno-ferritiques en insistant plus particulièrement sur l'influence de l'azote sur chacune de ces propriétés. Nous rappelons ci-dessous les principales conclusions de la littérature.

Grâce à leur faible teneur en nickel et leurs excellentes résistance mécanique et résistance à la corrosion, les aciers inoxydables austéno-ferritiques apparaissent comme une alternative aux aciers inoxydables austénitiques standard dans bon nombre d'applications industrielles. Une combinaison entre le manganèse et l'azote, permet encore de réduire la teneur en nickel dans ces aciers.

Une addition d'azote dans les aciers duplex permet à la fois une bonne stabilité structurale, en favorisant la formation de la phase austénitique, et une bonne maîtrise de la teneur en ferrite qui paraît plus néfaste à la tenue de ces aciers, en particulier en soudage et en corrosion. Autrement dit contrôler (ou optimiser) la teneur en ferrite conduit à une amélioration de ces caractéristiques.

L'azote joue un rôle important dans le comportement mécanique monotone et cyclique des aciers duplex, en raison de son influence sur les paramètres structuraux et mécaniques qui gouvernent la déformation cyclique. Du fait de la très faible solubilité de l'azote dans la phase ferritique comparée à celle dans la phase austénitique, l'examen du rôle de l'azote dans le comportement d'un acier duplex, est essentiellement dû à son rôle sur la phase austénitique ; pour cela il paraissait primordial de rappeler l'effet de l'azote sur les aciers inoxydables austénitiques.

Les deux phases austénitique et ferritique des aciers duplex ont des propriétés mécaniques différentes et des modes de déformation plastique différents. Il importe donc de bien connaître les propriétés structurales et celles en plasticité, monotone et cyclique, de chacune des phases, pour une bonne compréhension du comportement en fatigue plastique des aciers duplex.

Cette étude bibliographique met en évidence le manque évident de travaux sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austéno-ferritiques et sur le rôle de l'azote sur ce comportement. Ce thème constitue l'objectif de notre présente étude.

Chapitre II : Etude expérimentale

II.1 - Matériaux étudiés

Les matériaux étudiés sont deux aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques dont les spécifications sont présentées dans le tableau II.1. Ces deux matériaux ont été livrés sous forme de barres laminées cylindriques, de diamètre 25 mm.

Désignation	Norme AFNOR	Norme AISI	Norme DIN	Produit par :	% N
Remanit 4462	Z2 CND 22 05	UNS 31803	X2CrNiMoN 22 5 3	Thyssen (Allemagne)	0,11
Saf 2205	Z2 CND 22 05	UNS 31803	X2CrNiMoN 22 5 3	Sandvik (Suède)	0,18

Tableau II.1 : Spécifications des matériaux étudiés.

II.1.1 - Compositions chimiques

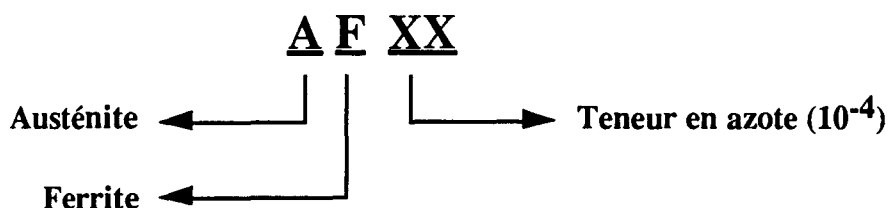
Les compositions chimiques des aciers étudiés sont données dans le tableau II.2. On y constate que ces aciers diffèrent essentiellement par leur teneur en azote. Cette différence de composition en azote nous permettra d'étudier l'influence de l'azote (élément fortement gammagène) sur le comportement mécanique macroscopique et sur l'endommagement microscopique en fatigue plastique oligocyclique.

Acier	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Traitement Thermique
AF11	0,024	0,110	22,10	5,36	3,05	1,70	0,35	Hypertrempe
AF18	0,015	0,180	22,20	5,51	3,10	0,87	0,50	à 1050°C

Tableau II.2 : Compositions chimiques (% pds) et traitements thermiques.

II.1.2 - Désignation

Afin d'éviter toute lourde répétition à chaque fois que nous citerons un de ces aciers, nous avons adopté la notation explicite suivante :



La répartition des éléments d'alliage, présentée dans le tableau II.3 et obtenue par calcul au logiciel THERMOCALC [Nilsson, 1993], n'est évidemment pas homogène entre les deux phases. Elle dépend du pouvoir γ -gène ou α -gène de chaque élément, de la température d'hypertrempe et de la nature de l'élément. Etant donné la plus faible solubilité de l'azote dans la ferrite, la plus grande différence de répartition entre les phases est trouvée pour l'azote, qui est alors fortement concentré dans la phase austénitique (voir tableau II.4). Nous pouvons alors dès à présent prévoir que l'influence de l'azote sur les aciers duplex α/γ , et sur toutes les modifications des sous-structures de dislocations que sa présence entraîne, jouera essentiellement sur la phase austénitique.

Acier	Phase	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fe
AF11	α (45 %)	0,0099	0,0233	24,12	4,01	3,66	1,60	0,40	66,18
	γ (55 %)	0,0414	0,2170	19,61	7,07	2,30	1,82	0,29	68,69
AF18	α (46 %)	0,0053	0,0301	24,07	3,94	3,84	0,81	0,40	66,71
	γ (54 %)	0,0235	0,3119	20,55	6,89	2,45	0,92	0,29	68,43

Tableau II.3 : Répartition des éléments d'alliage entre les phases α et γ pour les deux aciers, obtenue par utilisation du logiciel THERMOCALC [Nilsson, 1993].

Acier	Phase α	Phase γ
AF11	0,0233	0,2170
AF18	0,0301	0,3119

Tableau II.4 : Répartition de l'azote entre les deux phases, obtenue par TERMOCALC [Nilsson, 1993].

II.1.3 - Traitement thermique

Avant l'usinage des éprouvettes, les matériaux ont subi un traitement thermique d'hypertrempe, à savoir un maintien de 20 mn à la température 1050 °C suivi d'une trempe à l'eau. Ce traitement permet la mise en solution solide des éléments interstitiels (C, N,...) et des éléments substitutionnels (Cr, Ni, Mo, Mn,...), tout en conservant la structure obtenue après élaboration.

II.1.4 - Microstructures

Après une hypertrempe à 1050 °C, la structure biphasée obtenue se compose approximativement de 50 % α et de 50 % γ . La microstructure observée après un polissage mécanique jusqu'à une pâte diamant de granulométrie 1 μm et une attaque chimique à l'eau régale (40 % HCl, 20 % HNO₃ et 40 % H₂O), est représentée sur la figure II.1. Cette microstructure est présentée dans deux directions différentes : dans le sens longitudinal, identique au sens de laminage, et dans le sens transversal au sens de laminage ; elle se présente sous forme d'îlots d'austénite noyés dans une matrice ferritique. On constate que les îlots sont fortement allongés dans le sens du laminage, qui sera par la suite identique à l'axe des éprouvettes et à l'axe du chargement. La taille des îlots d'austénite dans le sens transversal, ainsi que dans le sens longitudinal est variable d'une zone à l'autre. Néanmoins, nous estimons leur taille moyenne de l'ordre de 10 à 20 μm dans le sens transversal. De plus, il faut préciser que la notion d'îlot diffère de la notion de grain (confusion faite par plusieurs auteurs dans la littérature) ; en effet, les îlots sont constitués par des amas de grains, superposés de préférence dans le sens longitudinal. La taille moyenne des grains ne peut être alors qu'inférieure à la taille des îlots .

II.1.4.1 - Identification des phases

Afin de repérer les phases ferritique et austénitique lors des observations microstructurales en surface, nous avons tout d'abord procédé à leur identification. Les phases α et γ ont été identifiées par deux méthodes différentes : l'une est la microanalyse X, à l'aide du système EDS (Energy Diffraction System) KeveX qui équipe notre Microscope Electronique à Balayage, et du logiciel Quantex ; l'autre utilise un ferrofluide qui est une suspension colloïdale contenant de minuscules particules ferromagnétiques qui se concentrent là où existe un champ magnétique important.

La première méthode consiste à évaluer les teneurs en chrome, en molybdène et en nickel dans chacune des phases. Les teneurs en chrome et en molybdène de la phase ferritique sont supérieures à celles de la phase austénitique, alors que la teneur en nickel de la phase austénitique est supérieure à celle de la phase ferritique. Cette première méthode permet de plus une identification in situ lors des observations au microscope électronique à balayage.

Le principe de la seconde méthode s'appuie sur les caractères ferromagnétique de la ferrite et non ferromagnétique de l'austénite. Le ferrofluide est alors appliqué sur la surface polie d'un échantillon, lui-même appliqué contre un aimant (figure II.2). Au bout d'un certain temps, on observe les lignes de champs magnétiques apparues dans la phase ferritique (figure II 3).

C'est ainsi que l'on a constaté que l'austénite se présente sous forme d'îlots fermés et plutôt convexes (figure II.4), dans la ferrite qui constitue une "matrice". Ceci s'explique par la germination de l'austénite aux joints de grains ferritiques durant le refroidissement à l'élaboration. La forme de chacune des phases aura une influence sur le comportement des aciers inoxydables austéno-ferritiques.

II.1.4.2 - Evaluation des teneurs en austénite et en ferrite

Les fractions volumiques de ferrite et d'austénite ont été obtenues également par deux autres méthodes : l'une est l'analyse d'image effectuée au laboratoire (uniquement sur l'acier AF11) ; les teneurs volumiques sont alors assimilées aux teneurs surfaciques évaluées sur une coupe longitudinale et sur une coupe transversale ; l'autre méthode est une mesure de la ferrite à la balance magnétique (Nilsson, 1993). Les valeurs obtenues par les deux méthodes sont très voisines : 54,8 % γ et 45,2 % α pour AF11, avec une incertitude de +/- 2 % par la première méthode, et 55 % α et 45 % γ pour l'acier AF11, 46 % α et 54 % γ pour l'acier AF18, par la seconde méthode.

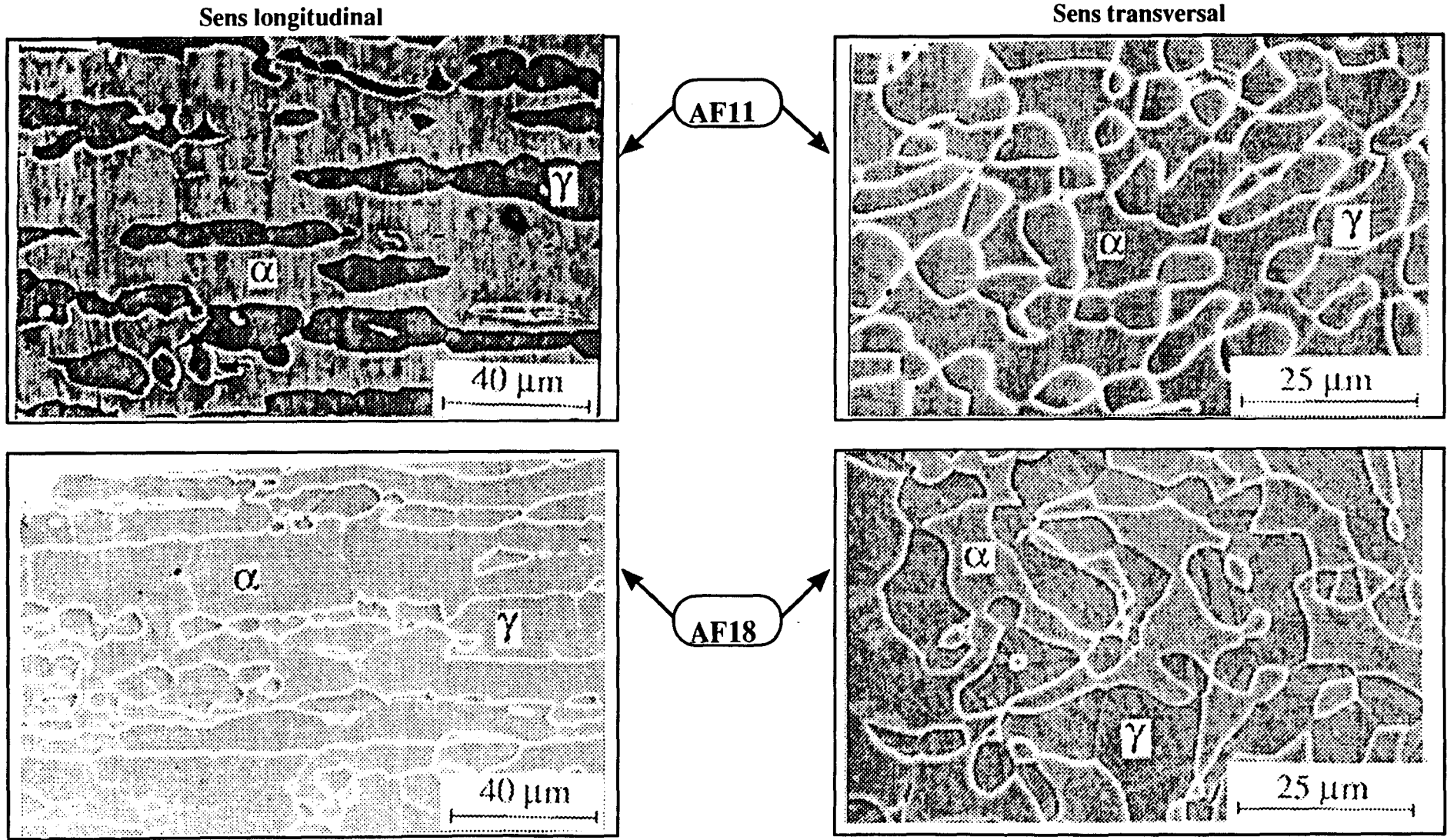


Figure II.1 : Microstructure des matériaux étudiés, dans deux directions différentes : le sens longitudinal est le sens du laminage, le sens transversal est perpendiculaire au sens du laminage.

AF11

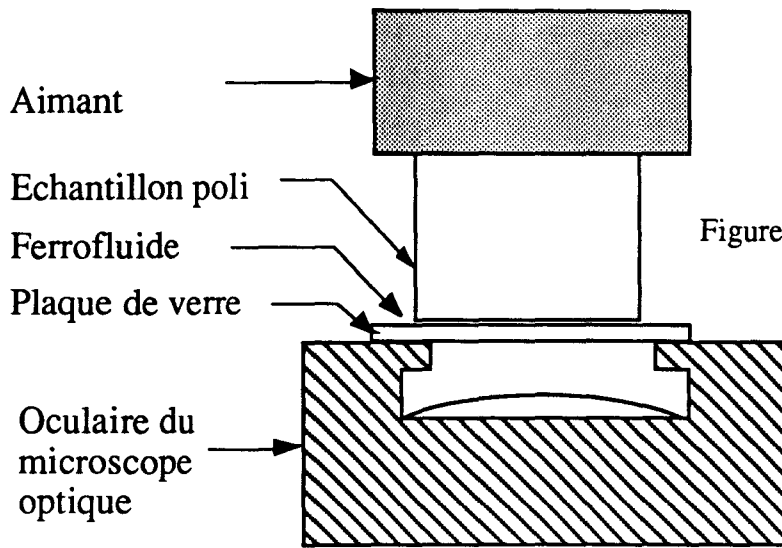


Figure II.2 : Principe de la méthode du ferrofluide.

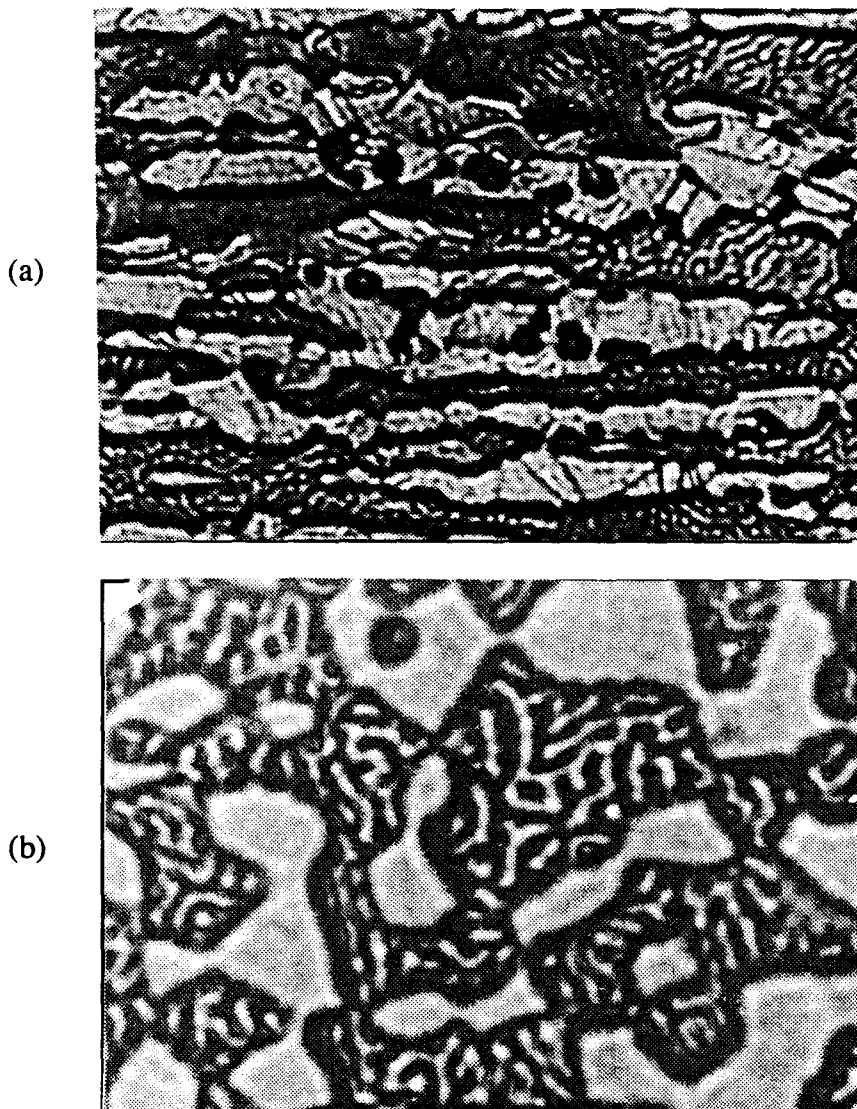


Figure II.3 : Identification des phases austénitique (en clair) et ferritique (lignes de champ magnétique), réalisée sur l'acier AF11; (a) sens longitudinal et (b) sens transversal.

BU
UNIVERSITÉ

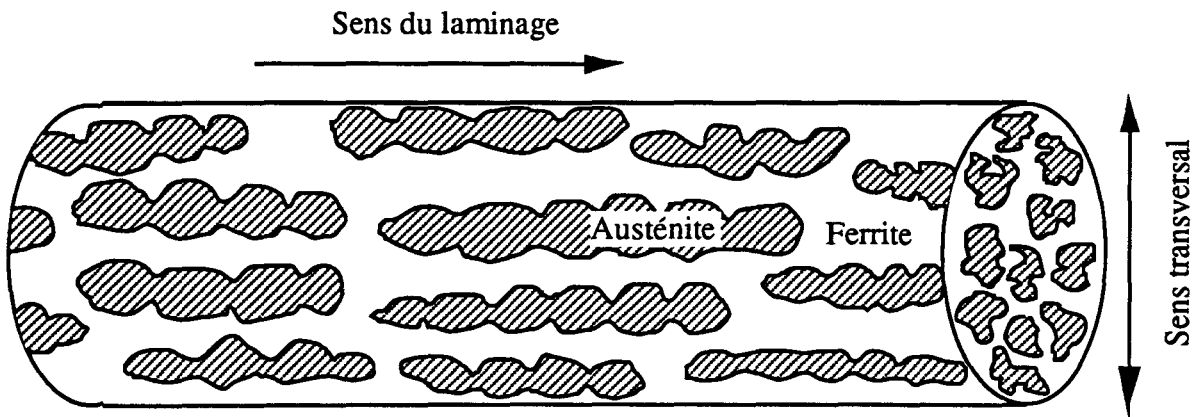


Figure II.4 : Représentation schématique de la forme des phases austénitiques et ferritiques.

II.2 - Dispositif Expérimental

II.2.1 - Machine d'essai

Les essais de traction monotone et de fatigue oligocyclique ont été réalisés sur une machine hydraulique de traction-compression, INSTRON 8501, servo-controlée, de capacité maximale 100 kN ; le pilotage et l'acquisition sont effectués par ordinateur à l'aide du logiciel FLAPS (Fatigue Laboratory APplications Software) développé par INSTRON (voir figure II.5). La sollicitation est appliquée à l'éprouvette par l'intermédiaire d'un vérin hydraulique piloté par une servo-valve. Cette machine permet un asservissement du vérin soit en charge, soit en déformation, soit en déplacement du vérin, selon le type d'essai effectué.

INSTRON 8501 - 100kN

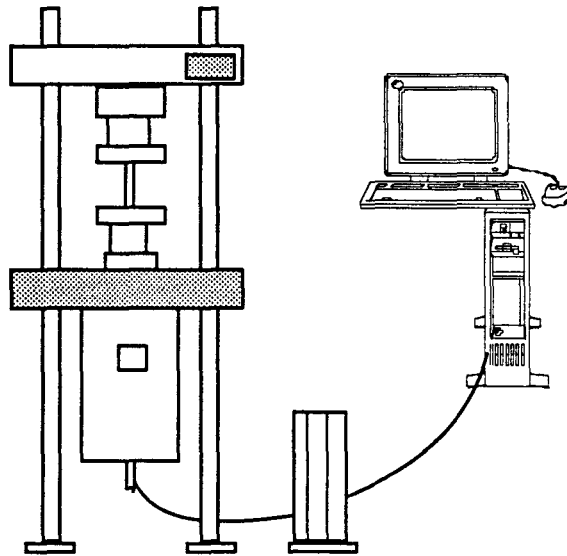


Figure II.5 : Machine d'essais.

II.2.2 - Mors d'amarrage

Eviter le risque de flambage lors d'essais de fatigue en traction-compression alternée à fort niveau de déformation revient à assurer deux qualités essentielles au montage des éprouvettes : la rigidité du montage et l'alignement des têtes de l'éprouvette.

La partie du système d'amarrage, fixée sur la tête du vérin hydraulique, est montrée figure II.6. La partie haute, quasiment symétrique de la précédente, est fixée à la cellule de charge de la machine.

Les bases (1) sont ainsi reliées soit au vérin, soit à la cellule de charge, par l'intermédiaire d'un goujon spécial (0) présentant deux filetages de pas inversés, un jeu de deux cales pentées étant intercalé entre les surfaces d'appui. Le réglage en position des jeux de cales est effectué sous une pré-charge de 85 kN appliquée à une éprouvette massive réservée à cet usage. Cette procédure de fixation évite l'apparition de tout jeu à ce niveau lors du déroulement des essais de fatigue.

La pièce intermédiaire (3) est bloquée sur la base (1) suivant une liaison plane. C'est par le réglage soigné du positionnement relatif des pièces (3) que l'alignement des mors inférieur et supérieur est réalisé. Le défaut d'alignement maximum toléré est de 5/100 de mm. Durant le réglage, on fait tourner manuellement le piston du vérin en contrôlant le défaut d'alignement sur un comparateur à cadran.

Enfin, une bride de serrage (4), est centrée et bloque l'éprouvette sur la bride intermédiaire (3). Cette bride présente un alésage conique qui reçoit deux demi-coquilles (5) permettant le blocage de la tête de l'éprouvette sur la surface d'appui supérieure de la bride (3).

II.2.3 - Dispositifs de mesures

II.2.3.1 - Capteur de force

Les efforts sont mesurés à l'aide d'une cellule de charge à jauges de déformation. Cette cellule, montée en série avec l'éprouvette, est fixée sur la traverse supérieure du bâti de la machine et reçoit, comme décrit ci-dessus, la partie haute du système d'amarrage.

II.2.3.2 - Capteur de déformation

La déformation longitudinale de l'éprouvette est mesurée à l'aide d'un extensomètre à lames et à jauges de déformation, fixé directement sur la partie utile de l'éprouvette, avec des élastiques pour les essais de traction monotone et à l'aide d'une colle cyanoacrylate pour les essais de fatigue oligocyclique, pour éviter tout glissement des couteaux et tout amorçage des fissures sous les couteaux lors de la mise en charge et au cours de l'essai. Ce capteur délivre une tension électrique qui varie linéairement en fonction de l'écartement des couteaux de l'extensomètre et donc de l'allongement de la partie utile de l'éprouvette. Les bases de mesure sont de 25 mm pour l'extensomètre de traction, avec un allongement maximum de 12,5 mm (soit de 50 %), et de 10 mm pour l'extensomètre de fatigue, avec un allongement maximum de +/- 1 mm (soit de +/- 10 %).

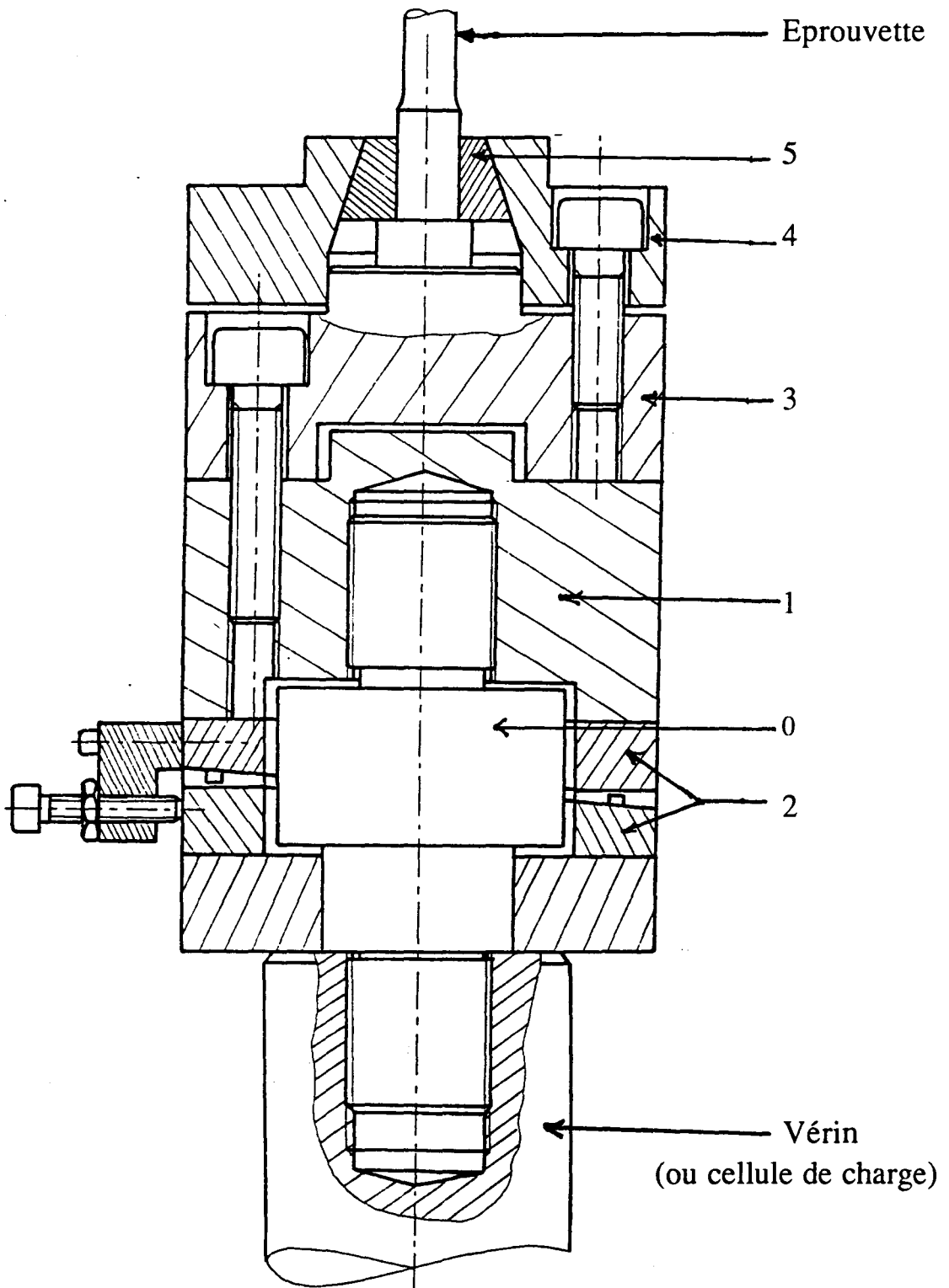


Figure II.6 : Mors d'amarrage pour essais à température ambiante.

II.3 - Conditions expérimentales

II.3.1 - Eprouvettes

Toutes les éprouvettes ont été prélevées à partir de barres cylindriques de diamètre 25 mm. Les éprouvettes de traction monotone et de fatigue oligocyclique sont de type cylindriques à têtes lisses. Le diamètre utile est de 10 mm, la longueur utile est de 10 mm pour les éprouvettes de fatigue et de 25 mm pour celles de traction monotone. Les dimensions de chaque type d'éprouvette sont définies sur la figure II.7. Elles ont été usinées sur le tour à commande numérique de l'E.C. Lille.

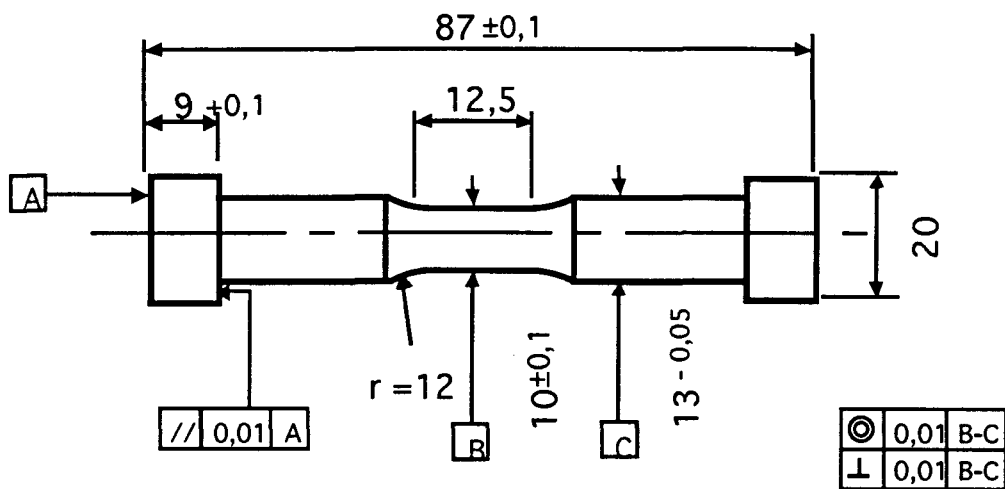
Avant cyclage, les éprouvettes de fatigue oligocyclique ont subi un polissage mécanique jusqu'au papier 1000, suivi d'un polissage à la pâte diamant jusqu'à $1 \mu\text{m}$, afin d'éliminer toutes les irrégularités de surface pouvant donner suite à des amorçages prématurés de fissures par concentration de contrainte. Le polissage est effectué sur une machine polisseuse semi-automatique conçue à l'E.C. Lille. Le principe de fonctionnement est le suivant (cf figure II.8) : la machine est munie d'un mouvement de rotation qui permet de faire tourner l'éprouvette autour de son axe à la vitesse $\omega_{\text{ép}}$. Une mini perceuse, sur laquelle est montée soit une meule fabriquée à partir de poudre abrasive de Carbure de Silicium (SiC) et de résine soit un polissoir feutre pour la pâte diamant, est munie à la fois d'un mouvement de translation, qui permet de balayer la surface de la partie utile de l'éprouvette à la vitesse V_b , et d'un mouvement de rotation, qui permet le polissage de l'éprouvette à la vitesse ω_{meu} telle que $\omega_{\text{meu}} \gg \omega_{\text{ép}}$. La longueur L de polissage est réglable selon le type d'éprouvette utilisé. Le polissage des éprouvettes se fait en deux stades :

- 1 - polissage avec des meules de SiC aux grades respectifs 180, 400, 600 et 1000 avec lubrification à l'eau ;
- 2 - polissage à la pâte diamant aux grades respectifs $6 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$ avec lubrifiant spécifique à chaque grade.

La durée moyenne de polissage à chaque grade est d'environ 10 mn.

Pour plus d'informations sur le fonctionnement de cette machine de polissage voir [Kasperek et al., 1993].

EPROUVETTE DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE



EPROUVETTE DE TRACTION

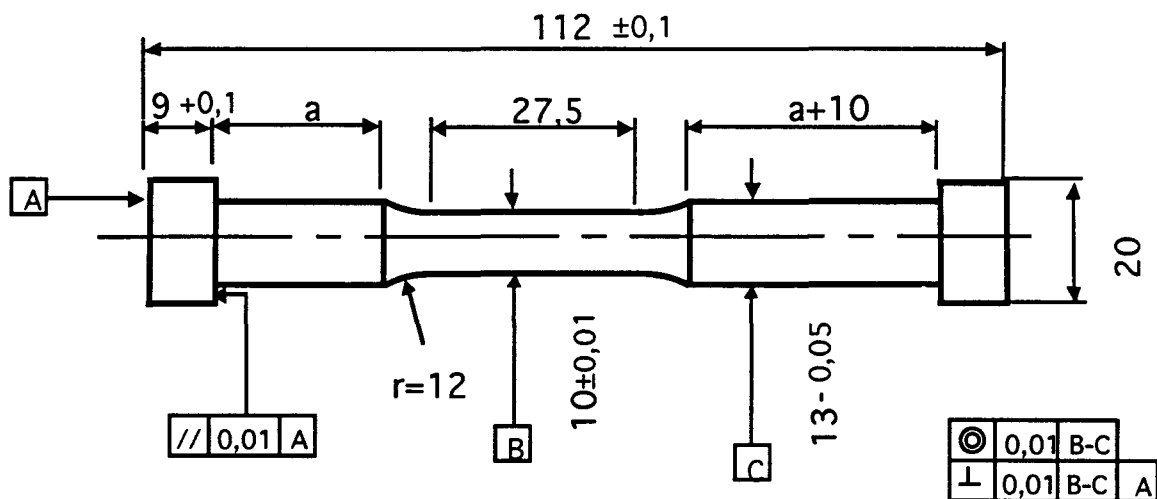


Figure II.7 : Dimensions des éprouvettes de fatigue et de traction monotone.

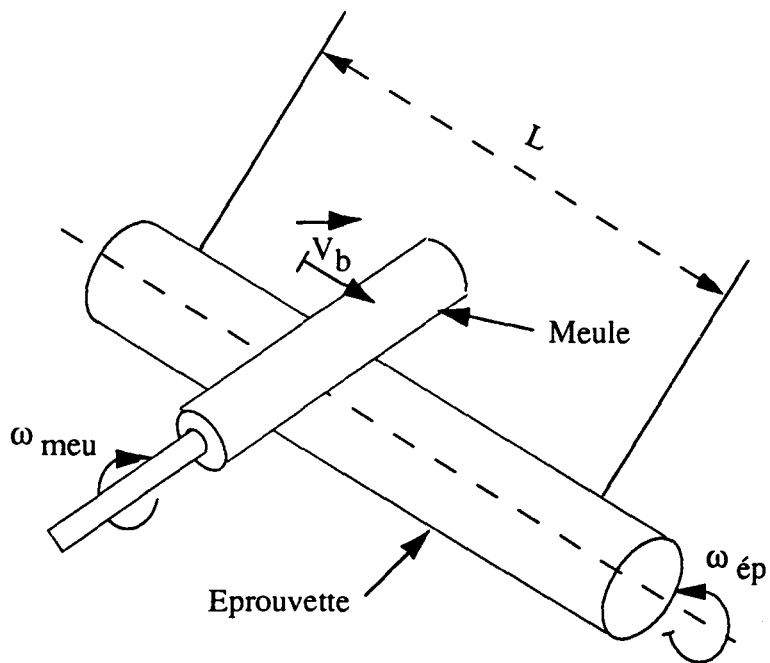
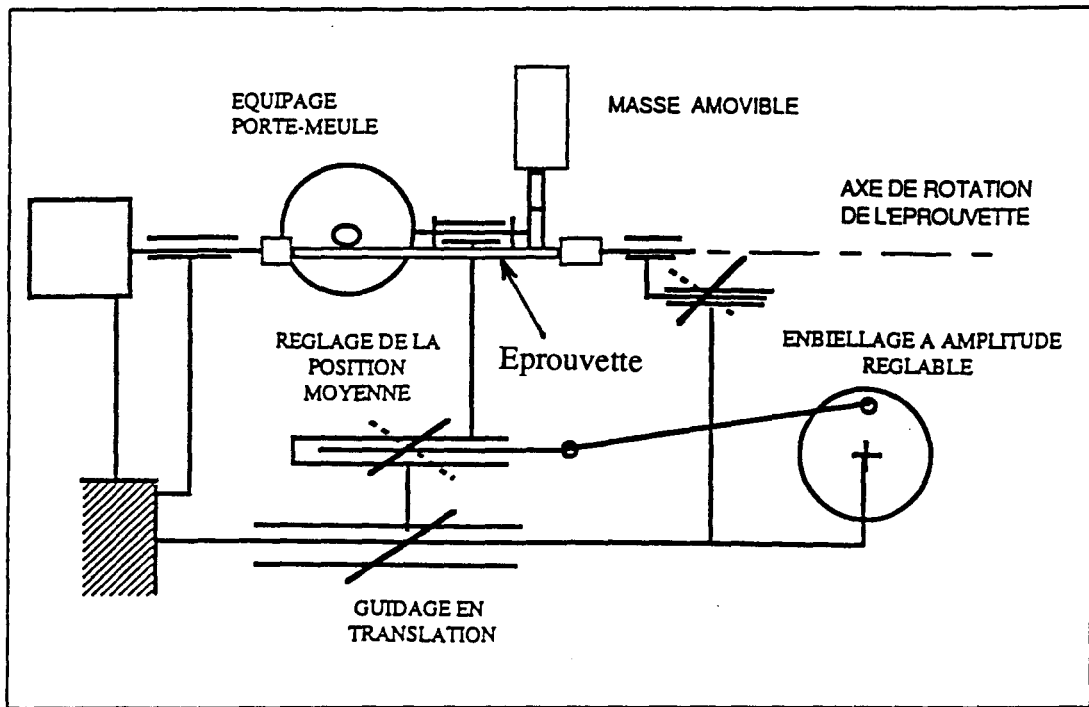


Figure II.8 : Schéma de fonctionnement de la polisseuse ; v_b : vitesse de balayage longitudinal, $\omega_{ép}$: vitesse de rotation de l'éprouvette, ω_{meu} : vitesse de rotation de la meule.



Les notations utilisées en traction monotone et en fatigue sont définies sur la figure II.9.

II.3.2 - Essais de traction monotone

Les essais de traction monotone ont été effectués à température ambiante et à vitesse de déformation totale constante égale à $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. En raison de la limite d'allongement maximum de l'extensomètre ($\epsilon_{\max} = 50 \%$), la réalisation d'un essai de traction monotone se fait en deux parties distinctes avec démontage de l'extensomètre entre les deux : une première partie durant laquelle on pilote en déformation, et une deuxième partie durant laquelle on pilote en déplacement du vérin. La deuxième partie (acquisition en charge et déplacement) est raccordée à la première partie (acquisition en charge, déformation et déplacement) par conversion du déplacement en déformation, en tenant compte de la rigidité de la machine et de l'allongement des différentes parties de l'éprouvette, autres que la partie utile.

II.3.3 - Essais de fatigue oligocyclique

II.3.3.1 - Mode opératoire

Comme pour les essais de traction monotone, les essais de fatigue oligocyclique ont été effectués à température ambiante et à la vitesse de déformation totale $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ tout le long du cyclage. Ces essais de fatigue oligocyclique ont été menés à variation de déformation totale imposée $\Delta\epsilon_t$. Le signal appliqué (figure II.10) est triangulaire, purement alterné (rapport de déformation $R_\epsilon = \frac{\epsilon_{\min}}{\epsilon_{\max}} = -1$). Cinq niveaux de variation de déformation totale ont été étudiés pour chaque acier : $\Delta\epsilon_t = 0,8 ; 1 ; 1,4 ; 2 ; 2,5 \%$. Deux essais par niveau de déformation ont été effectués. Deux sortes d'essais de fatigue oligocyclique ont été effectués : des essais conduits jusqu'à rupture, sur des éprouvettes non attaquées chimiquement en surface, et des essais interrompus au cours du cyclage, cette fois sur des éprouvettes attaquées chimiquement à l'eau régale avant cyclage, essais destinés au suivi de l'endommagement en surface au cours du cyclage.

a) EPROUVETTE

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

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

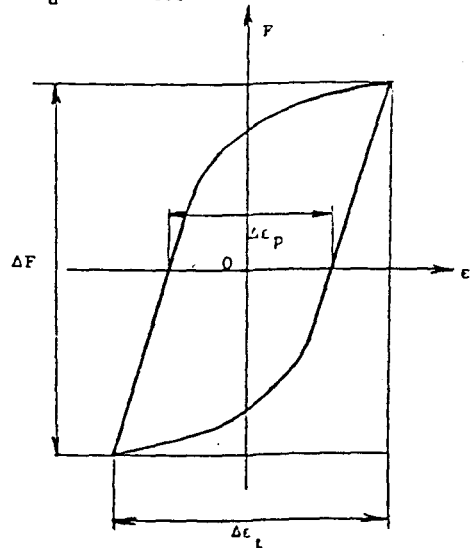
b) ESSAI DE TRACTION

E = module d'élasticité (N/mm^2)
 ν_e = coefficient de Poisson élastique
 ν_p = coefficient de Poisson plastique
 F = charge appliquée
 $Re_{0,0002}$ (N/mm^2)
 $Re_{0,002}$ (N/mm^2) grandeurs conventionnelles
 R_m (N/mm^2) définies selon la norme
 A (%) NF A.03.151
 Z (%)
 K coefficient et n exposant de la loi d'écroutissage monotone $\sigma_v = K \epsilon_{pv}^n$

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

c) ESSAI DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

$\dot{\epsilon}_t$ = vitesse de déformation totale
 $\Delta \epsilon_e$ = variation de déformation élastique
 $\Delta \epsilon_p$ = variation de déformation plastique
 $\Delta \epsilon_t$ = variation de déformation totale
 ΔF = variation de charge
 $\Delta \sigma = \frac{\Delta F}{S_0}$ = variation de contrainte valeurs au cycle stabilisé
 $\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2}$ amplitude de contrainte conventionnel
 $\epsilon_a = \frac{\Delta \epsilon}{2}$ amplitude de déformation
 $\left(\frac{\Delta \sigma}{2} \right)_0$ = amplitude de contrainte initiale
 $\left(\frac{\Delta \sigma}{2} \right)_{max}$ = amplitude de contrainte maximale au cours du cyclage
 N_R = nombre de cycles à rupture
 N_T = nombre de cycles à la transition ($\Delta \epsilon_e = \Delta \epsilon_p$)
 N = nombre de cycles



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

Nota : les valeurs rationnelles (indice v) sont obtenues comme dans l'essai de traction.
 Pour les essais conduits jusqu'à $\pm 2\%$, on confond généralement ϵ et ϵ_v

d) UNITES

charges en N , contraintes en $MPa(N/mm^2)$, déformations en $\%$, longueurs en mm , sections en mm^2 .

Figure II.9 : Définition des notations et paramètres utilisés en traction et en fatigue.

Le dépouillement des essais de fatigue oligocyclique se fait par l'intermédiaire d'un logiciel AICYFAP (Analyse Informatique des Cycles de Fatigue Plastique) développé au laboratoire. Ce logiciel renvoie, à partir des boucles d'hystérésis $\sigma - \epsilon$, toutes les caractéristiques classiques de la fatigue plastique définies à la figure II.9 et d'autres caractéristiques de forme des boucles d'hystérésis : caractéristiques de limite d'élasticité et d'écrouissage sur chaque alternance, caractéristiques de déformation et énergétiques traduisant la réversibilité de la déformation plastique. Pour plus d'informations sur ce logiciel ainsi que sur les techniques expérimentales appropriées, voir [Degallaix et al., 1993 (c)].

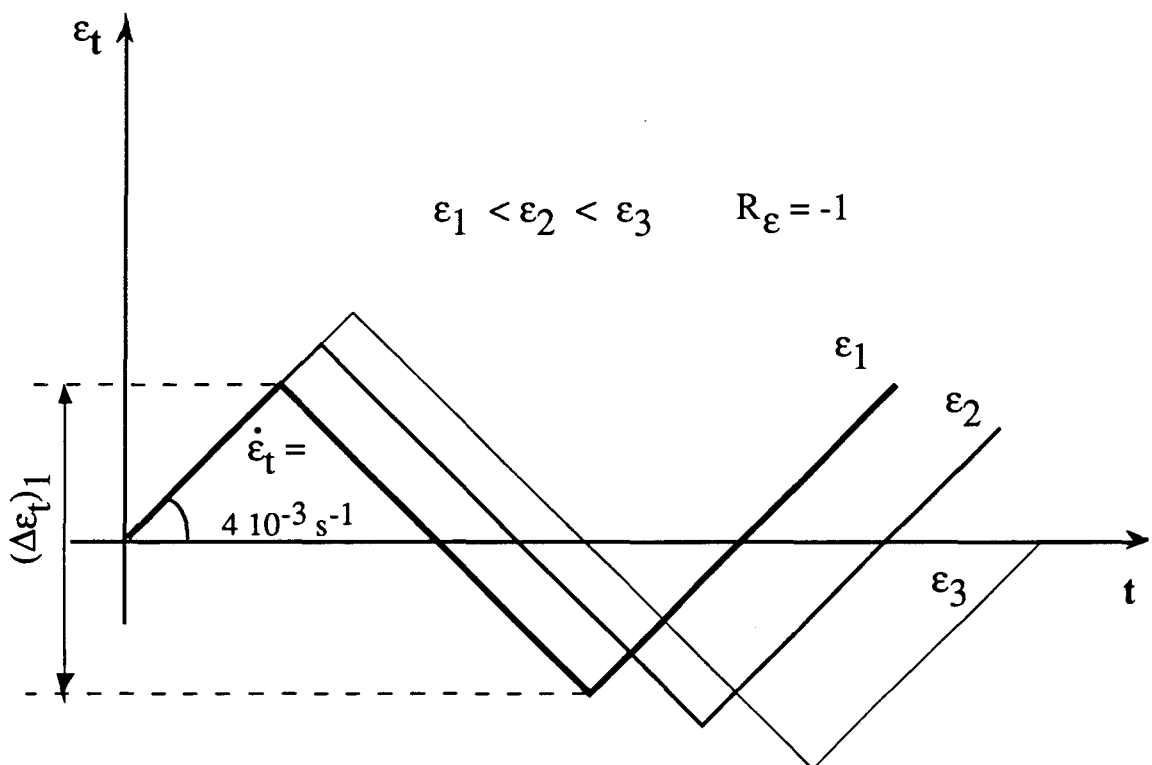


Figure II 10: Forme du signal de pilotage en fatigue oligocyclique.

II.3.3.2 - Critères de rupture

Le nombre de cycles à rupture dépend du critère de rupture utilisé, lui-même dépendant de la nature du matériau testé et de l'exploitation visée des résultats des essais de fatigue. Les critères envisageables sont en général basés sur l'apparition, la présence ou l'évolution d'un phénomène observé ou enregistré, qui traduit l'endommagement ou la rupture prochaine ou

totale de l'éprouvette. Plusieurs critères peuvent être envisagés. La durée de vie, ou nombre conventionnel de cycles à rupture, peut être définie comme le nombre de cycles à rupture correspondant à :

- 1 - la rupture totale de l'éprouvette (séparation en deux parties distinctes),
- 2 - une diminution d'un certain pourcentage de la contrainte maximale de traction par rapport à un niveau bien défini (en général la contrainte stabilisée),
- 3 - une diminution d'un certain pourcentage du rapport des modules d'élasticité dans la partie en charge et dans la partie en décharge des boucles d'hystérésis,
- 4 - une diminution d'un pourcentage de la contrainte maximale en traction par rapport à la contrainte maximale en compression.

Nous avons adopté le critère 2, pour nous permettre de réduire la dispersion observée sur le nombre de cycles à rupture complète de l'éprouvette. Nous nous sommes référés à la contrainte maximale en traction prise au cycle stabilisé, défini pour nous à 50 % de la durée de vie, et à une chute de contrainte de 20 %. En effet, suivant la position de la fissure principale (entre, sous ou à l'extérieur des couteaux de l'extensomètre), la phase de propagation peut avoir une durée totalement différente.

II.4 - Moyens d'observation

Trois techniques d'observation ont été utilisées dans cette étude. Le Microscope Optique (MO) pour l'analyse des microstructures, le Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour les observations de l'endommagement en surface des fûts des éprouvettes et des faciès de rupture, et le Microscope Electronique en Transmission (MET) pour les observations des structures de dislocations.

II.4.1 - Microscope Optique

Le Microscope Optique a été en particulier utilisé pour toute observation et analyse de la microstructure des deux aciers, et à un degré moindre pour l'observation de la surface latérale des éprouvettes cyclées ; mais la forme cylindrique de celles-ci et la faible résolution du MO le rendent bien sûr moins adéquat qu'un MEB. Cette technique d'observation (MO) est surtout utilisée pour s'assurer du bon état de surface après polissage et après attaque chimique de l'éprouvette, avant cyclage.

II.4.2 - Microscope Electronique à Balayage

Les observations au Microscope Electronique à Balayage ont été réalisées sur un Microscope Hitachi S 2500. Pour l'observation de l'endommagement en surface, deux types d'observations ont été effectués.

Le premier type porte sur la surface latérale des éprouvettes cyclées jusqu'à rupture puis attaquées afin d'observer l'apparition des fissures secondaires dans une phase ou dans l'autre. Néanmoins, ce premier type d'observations a l'inconvénient d'effacer les bandes de glissement qui constituent la majeure partie des sites d'amorçage des microfissures. Aussi très rapidement, un second type d'observations a été effectué sur des éprouvettes d'abord attaquées, puis cyclées partiellement jusqu'à différentes fractions de durée de vie. Cette dernière méthode d'observation nous permet alors la caractérisation de l'endommagement en surface des aciers étudiés.

Cette technique d'observation constitue la partie la plus importante de toutes les observations effectuées durant cette étude.

II.4.3 - Microscope Electronique en Transmission

Les observations au Microscope Electronique en Transmission ont été réalisées par Kruml et Polak (1993) à l'Institut de Physique Matériaux de l'Académie des Sciences de Brno (République Tchèque), sur un Microscope Philips CM 12.

Les observations ont été effectuées sur des lames minces prélevées dans deux plans différents : l'un parallèle à l'axe du chargement, et l'autre à un angle de 45° de celui-ci, dans le but de déterminer le caractère et la nature des structures des dislocations présentes et d'avoir une image de leur arrangement tridimensionnel. Les lames de 2 mm de diamètre ont été tout d'abord découpées dans des tranches de 0,8 mm d'épaisseur, puis amincies mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 0,1 mm et finalement amincies électrolytiquement par la technique du double jet.

Ces observations nous permettront de faire une corrélation entre le comportement microstructural et le comportement mécanique, et de mieux expliquer les mécanismes qui régissent l'endommagement de ces matériaux. La reconstruction tridimensionnelle des structures de dislocations, processus plus délicat, s'obtient à partir de l'observation de plusieurs lames minces prélevées dans différents plans cristallographiques ou plus simplement suivant différentes orientations par rapport à l'axe du chargement, confondu avec l'axe de l'éprouvette.

II.5 - Résultats expérimentaux

II.5.1 - Traction monotone

Les courbes conventionnelles de traction monotone à température ambiante obtenues pour chaque acier (AF11 ou AF18) sont présentées respectivement sur les figures II.11 et II.13.

Les différentes caractéristiques mécaniques obtenues à partir de ces courbes sont regroupées dans le tableau II.5, à savoir :

- la limite d'élasticité à 0,02 %	$R_{e 0,02} \%$
- la limite d'élasticité à 0,2 %	$R_{e 0,2} \%$
- la résistance (ou contrainte) à rupture	R_m
- l'allongement à rupture (ou ductilité)	$A \%$
- le coefficient d'écrouissage monotone	K
- l'exposant d'écrouissage monotone	n

L'écouissage monotone s'exprime sous forme de la loi puissance suivante entre les grandeurs rationnelles :

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

où σ_v et K s'expriment en MPa et ϵ_{pv} en vraie grandeur.

Les courbes d'écouissage monotone, comparées aux droites exprimées par la loi ci-dessus, sont présentées, dans un diagramme bilogarithmique, sur la figure II.12 pour l'acier AF11 et sur figure II.14 pour l'acier AF18. Les coefficients et les exposants d'écouissage ont été obtenus par régression linéaire, par la méthode des moindres carrés, dans le domaine $0,2 \leq \epsilon_p \leq 10,5 \%$

Acier	$R_{e\ 0,02\ \%}$ (MPa)	$R_{e\ 0,2\ \%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	K (MPa)	n
AF11	420	515	690	53	915	0,1036
AF18	400	533	790	51	1072	0,1182

Tableau II.5 : Propriétés de traction monotone à température ambiante.

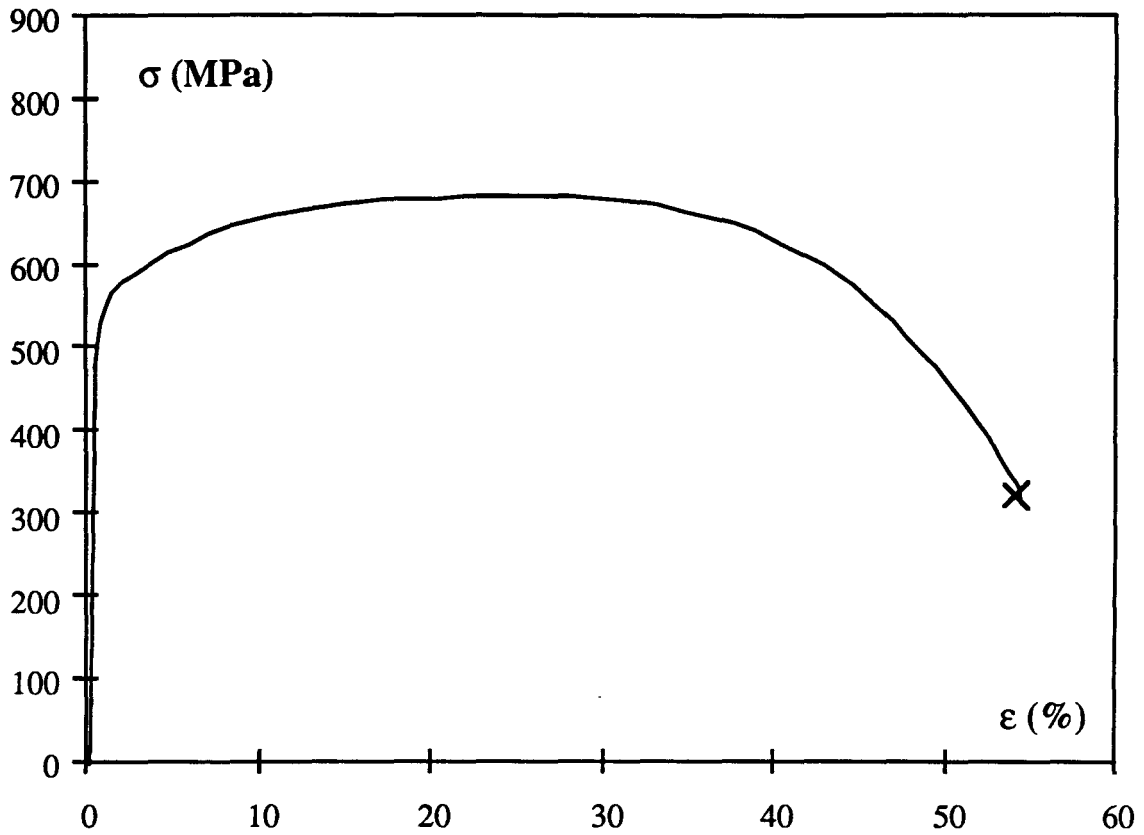


Figure II.11 : Courbe conventionnelle de traction monotone à température ambiante, pour l'acier AF11.

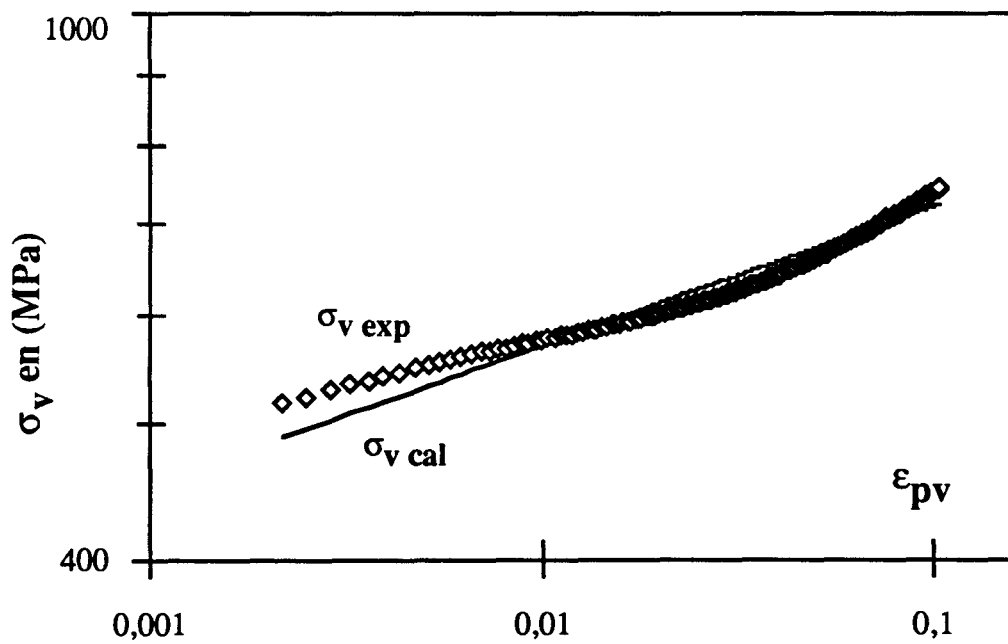


Figure II.12 : Courbe d'érouissage monotone $\sigma_v = f(\epsilon_{pv})$, comparée à la droite exprimée par $\sigma_v = K(\epsilon_{pv})^n$, dans le domaine $0,2 < \epsilon_{pv} < 10,5 \%$, pour l'acier AF11.

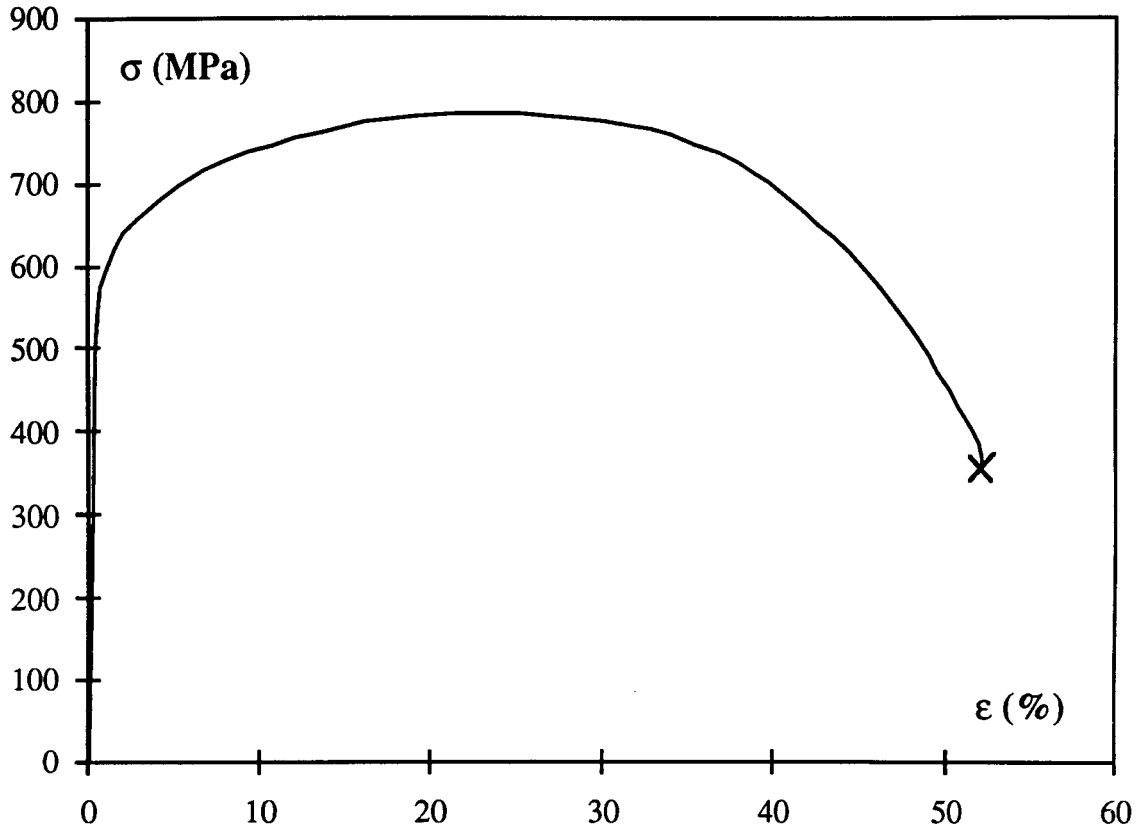


Figure II.13 : Courbe conventionnelle de traction monotone à température ambiante pour l'acier AF18.

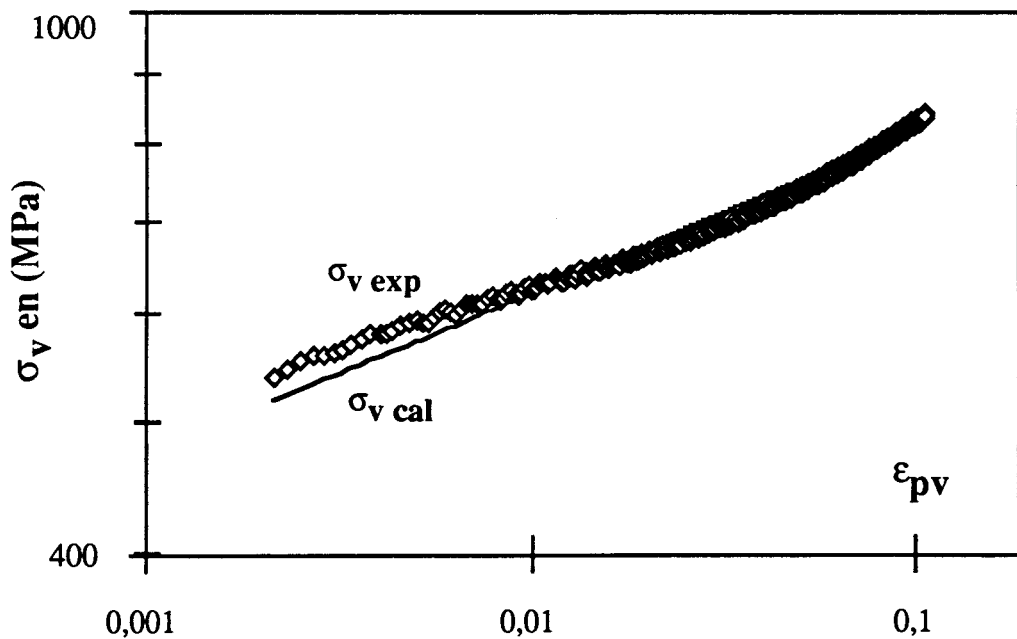


Figure II.14 : Courbe d'écroutissage monotone $\sigma_v = f(\epsilon_{pv})$, comparée à la droite exprimée par $\sigma_v = K(\epsilon_{pv})^n$, dans le domaine $0,2 < \epsilon_{pv} < 10,5 \%$, pour l'acier AF18.



II.5.2 - Fatigue oligocyclique

Les résultats des essais de fatigue plastique oligocyclique ont été obtenus, rappelons le, à température ambiante, en déformation totale imposée, à la vitesse de déformation totale constante $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

II.5.2.1 - Evolution des contraintes

Les courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte σ_a (définie comme la demi-variation de contrainte $\frac{\Delta\sigma}{2}$) au cours du cyclage, $\sigma_a = f(N)$ sont présentées sur les figures II.15 et II.16 pour l'acier AF11, et sur les figures II.17 et II.18 pour l'acier AF18. Ces courbes sont respectivement tracées dans un diagramme semi-logarithmique (amplification de la phase d'accommodation) et dans un diagramme bilinéaire (amplification de la phase de stabilisation).

Les résultats obtenus pour les essais de fatigue oligocyclique sont consignés dans le tableau II.6, qui définit pour chaque essai :

- le nombre de cycles à rupture défini à 20 % de chute de contrainte N_R
- la variation de déformation totale imposée $\Delta\epsilon_t$
- la variation de déformation plastique $(\Delta\epsilon_p)_s$
- la variation de déformation élastique $(\Delta\epsilon_e)_s$

ces trois dernières grandeurs étant caractéristiques du cycle stabilisé de référence, défini à 50 % de la durée de vie ;

- l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_s$
- l'amplitude de contrainte maximale $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_{\max}$
- l'amplitude de contrainte initiale (1er quart de cycle en traction) $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_0$
- l'aire de la boucle d'hystérésis au cycle stabilisé W_s

II.5.2 - Fatigue oligocyclique

Les résultats des essais de fatigue plastique oligocyclique ont été obtenus, rappelons le, à température ambiante, en déformation totale imposée, à la vitesse de déformation totale constante $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

II.5.2.1 - Evolution des contraintes

Les courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte σ_a (définie comme la demi-variation de contrainte $\frac{\Delta\sigma}{2}$) au cours du cyclage, $\sigma_a = f(N)$ sont présentées sur les figures II.15 et II.16 pour l'acier AF11, et sur les figures II.17 et II.18 pour l'acier AF18. Ces courbes sont respectivement tracées dans un diagramme semi-logarithmique (amplification de la phase d'accommodation) et dans un diagramme bilinéaire (amplification de la phase de stabilisation).

Les résultats obtenus pour les essais de fatigue oligocyclique sont consignés dans le tableau II.6, qui définit pour chaque essai :

- le nombre de cycles à rupture défini à 20 % de chute de contrainte NR
- la variation de déformation totale imposée $\Delta\epsilon_t$
- la variation de déformation plastique $(\Delta\epsilon_p)_s$
- la variation de déformation élastique $(\Delta\epsilon_e)_s$

ces trois dernières grandeurs étant caractéristiques du cycle stabilisé de référence, défini à 50 % de la durée de vie ;

- l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_s$
- l'amplitude de contrainte maximale $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_{\max}$
- l'amplitude de contrainte initiale (1er quart de cycle en traction) $\left(\frac{\Delta\sigma}{2}\right)_0$
- l'aire de la boucle d'hystérésis au cycle stabilisé W_s

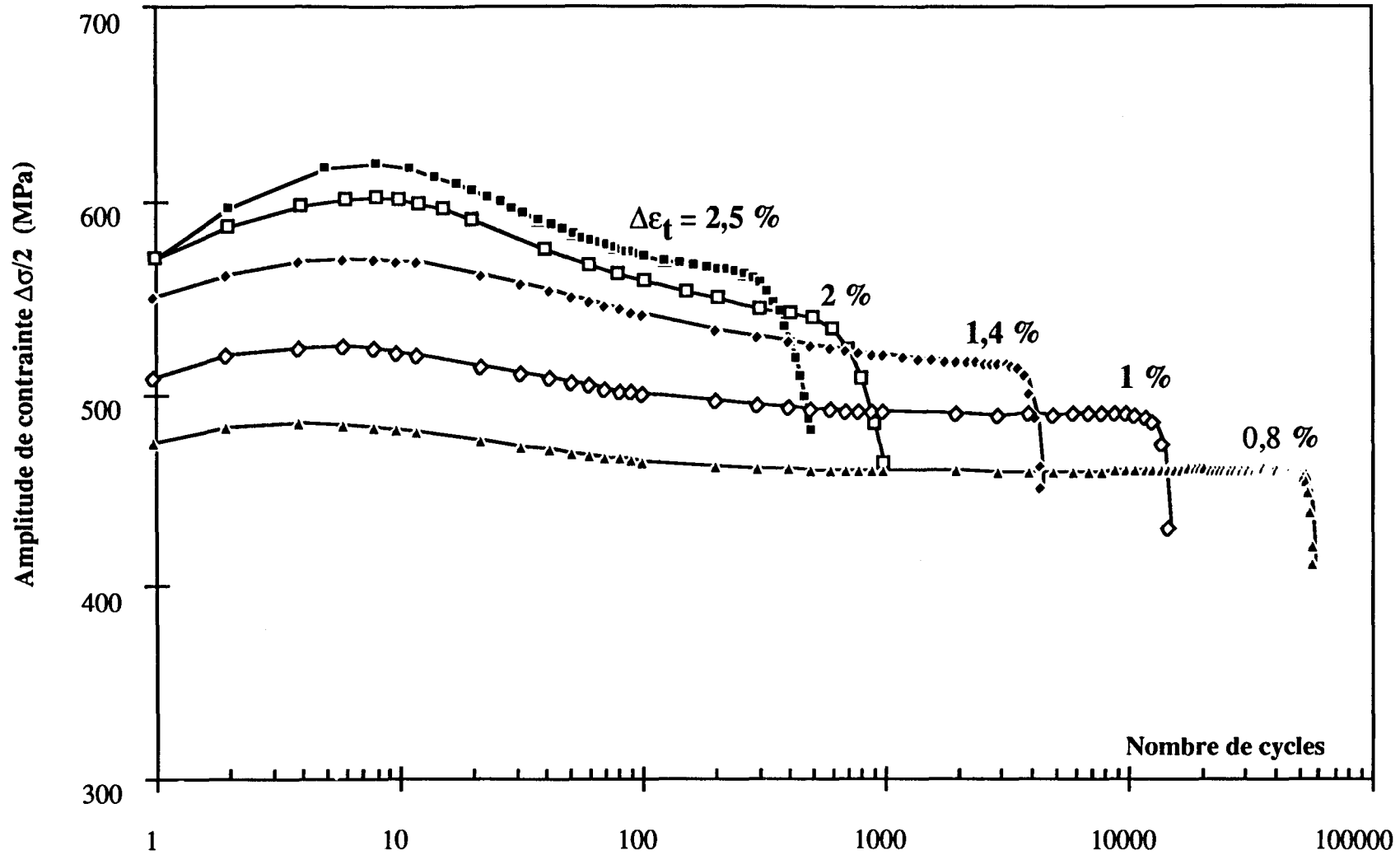


Figure II. 15 : Courbes d'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, tracées dans un diagramme semi-logarithmique, pour l'acier AF11.

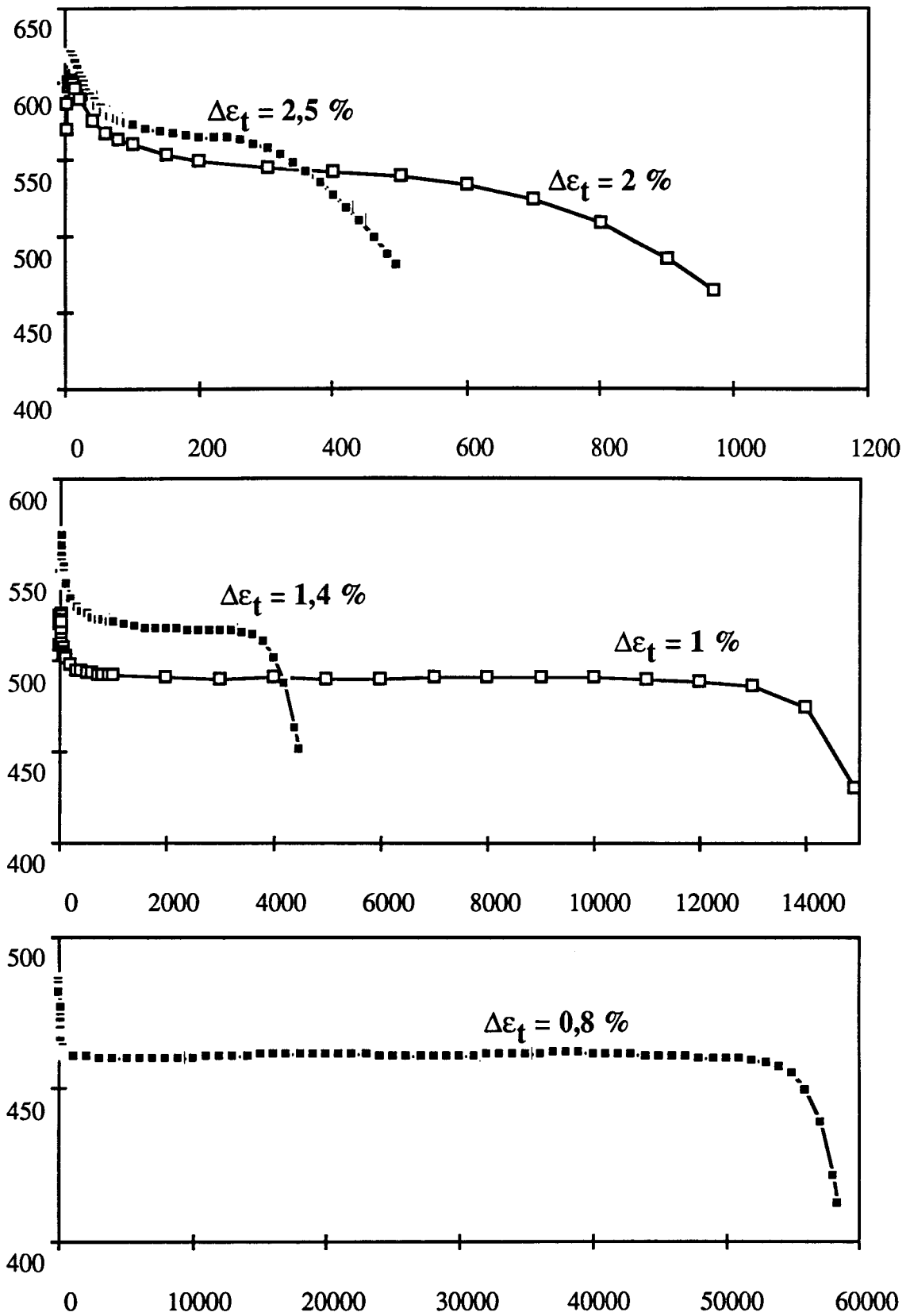
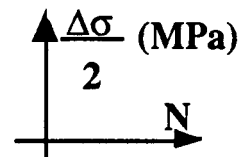


Figure II. 16 : Courbes d'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, dans un diagramme bilinéaire, pour l'acier AF11.



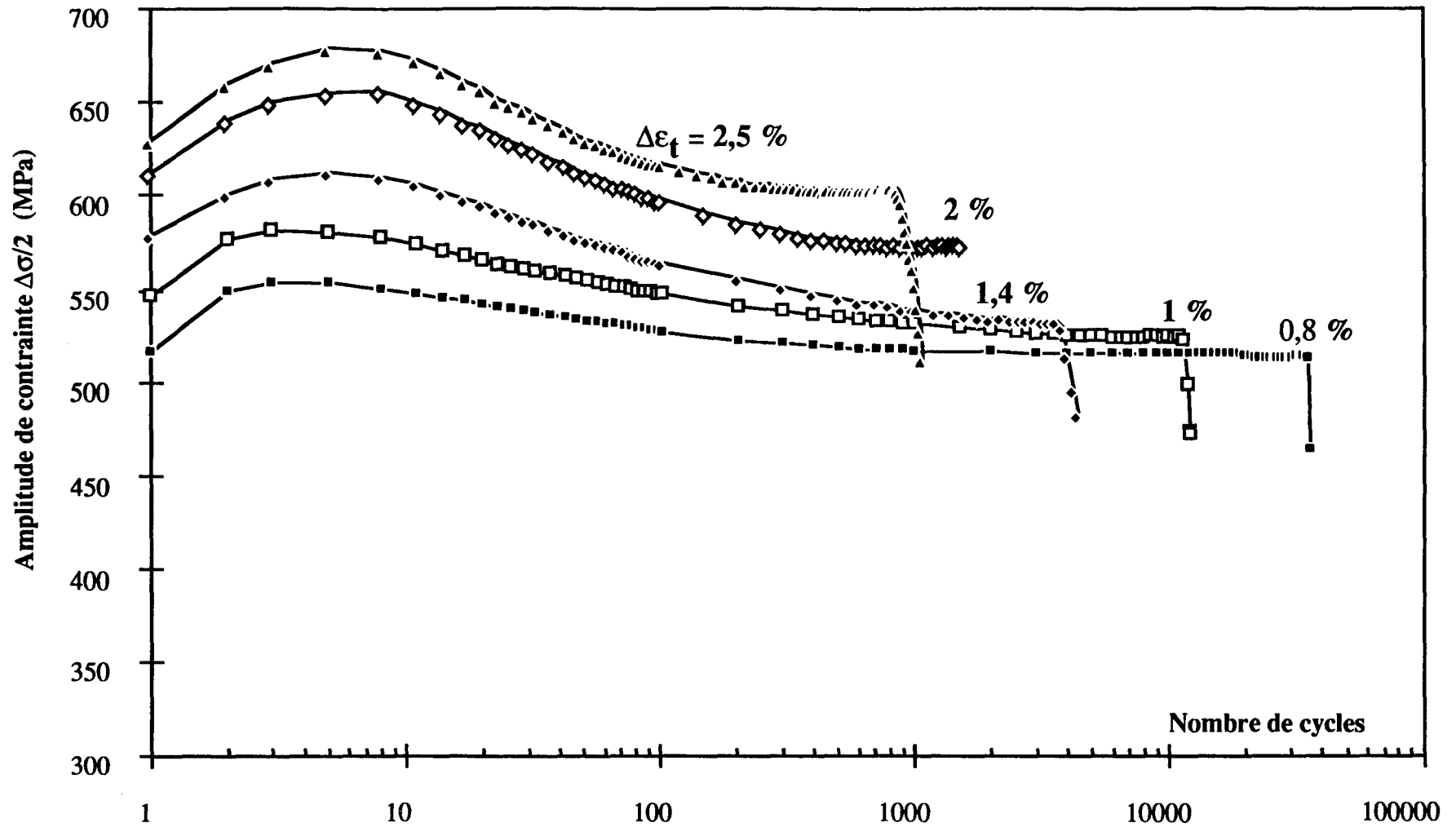


Figure II. 17 : Courbes d'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, tracées dans un diagramme semi-logarithmique, pour l'acier AF18.

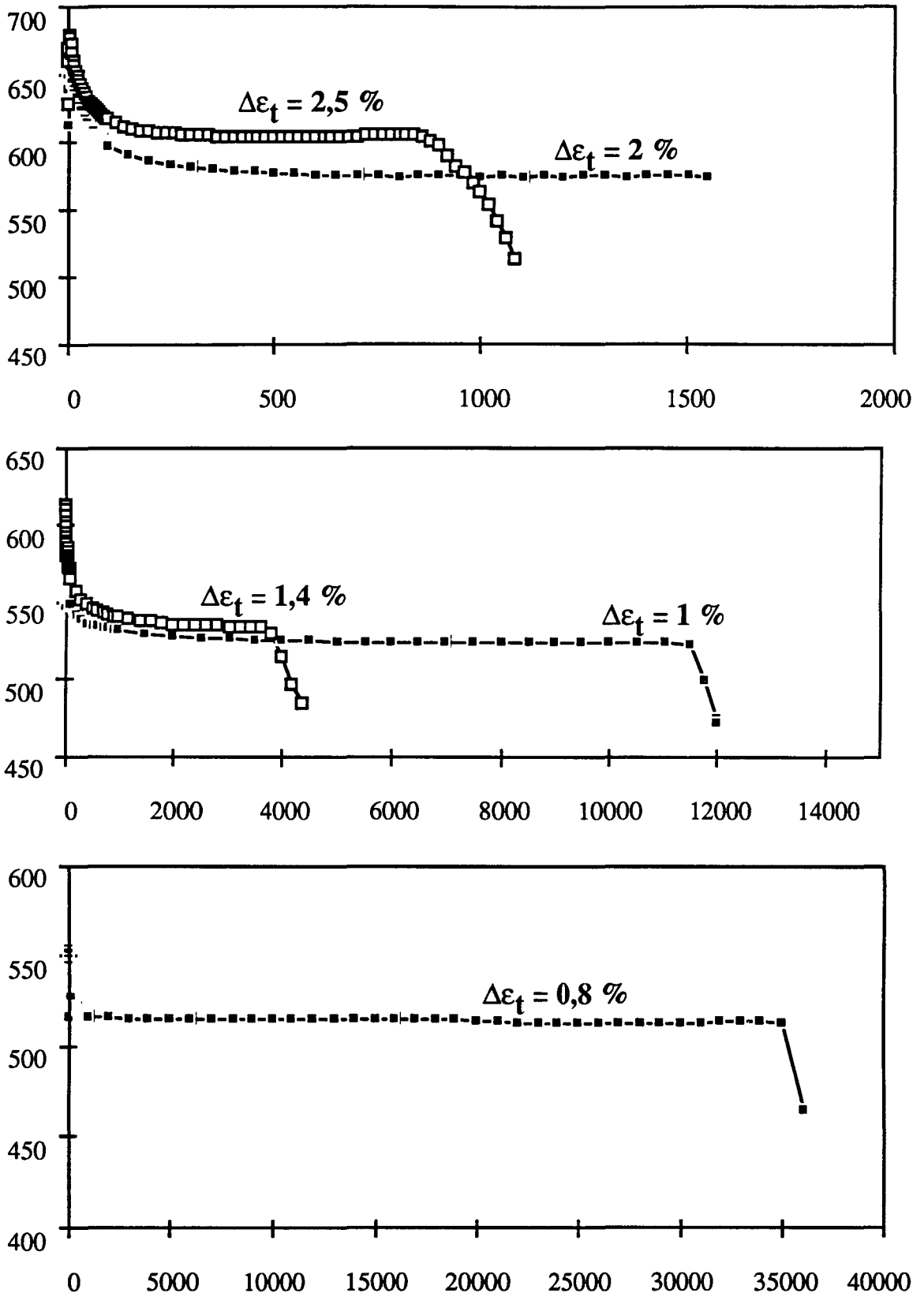
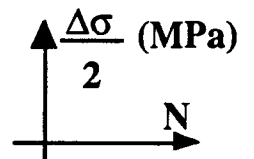


Figure II. 18 : Courbes d'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, dans un diagramme bilinéaire, pour l'acier AF18.



Acier	N° Essai	NR Cycles	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$(\Delta\epsilon_e)_s$ (%)	$(\Delta\epsilon_p)_s$ (%)	$(\frac{\Delta\sigma}{2})_s$ (MPa)	$(\frac{\Delta\sigma}{2})_{max}$ (MPa)	$(\frac{\Delta\sigma}{2})_0$ (MPa)	Ws (J/cm ³)	
AF11	1	494	2,504	0,578	1,926	563,5	618,9	570,1	17,07	
	2	544	2,504	0,584	1,920	569,2	626,9	588,1	17,16	
	1	970	2,006	0,553	1,453	539,6	601,4	570,5	11,47	
	2	1402	2,005	0,548	1,457	534,3	592,9	556,8	11,58	
	1	4465	1,406	0,530	0,876	517	570,8	550,5	6,26	
	2	5768	1,404	0,518	0,886	504,6	558,6	539,7	5,66	
	1	14920	1,004	0,503	0,501	490,4	530,3	509,95	2,73	
	2	13000	1,00	0,502	0,502	489,6	525,3	508,8	2,58	
	1	58390	0,802	0,473	0,329	460,7	485,7	475,6	1,16	
	2	60000	0,803	0,481	0,322	469,3	486,4	472,6	1,19	
	AF18	1	1100	2,507	0,625	1,882	609,1	689,1	643,4	18,70
		2	1078	2,506	0,619	1,887	603,7	678,6	629,3	18,59
1		1481	2,007	0,597	1,410	581,6	669,3	630,6	13,23	
2		1757	2,008	0,589	1,419	574,7	655,6	612,2	13,26	
1		4000	1,407	0,554	0,853	540	619,1	591,6	7,34	
2		4385	1,408	0,549	0,859	534,9	612,6	579,6	7,31	
1		12006	1,007	0,537	0,470	524	580,1	547,5	3,51	
2		12144	1,006	0,527	0,479	513,8	574,7	546,6	3,44	
1		36000	0,807	0,525	0,282	511,5	540,1	511,1	1,88	
2		28600	0,806	0,528	0,278	514,6	554,0	516,2	1,90	

Tableau II.6 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique menés jusqu'à

rupture sur les aciers AF11 et AF18 : $\Delta\epsilon_e = \frac{\Delta\sigma}{E}$, $\Delta\epsilon_p = \Delta\epsilon_t - \frac{\Delta\sigma}{E}$,

et $E = 195000$ MPa.

II.5.2.2 - Ecroûissage cyclique

Comme l'écroûissage monotone, l'écroûissage cyclique s'exprime selon une loi puissance de la forme :

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = K' \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}\right)^{n'}$$

où K' et n' , déterminés dans un diagramme bilogarithmique à l'aide d'une régression linéaire par la méthode des moindres carrés, sont respectivement le coefficient et l'exposant d'écroûissage cyclique. Ces lois, définies dans le domaine $0,13 \leq \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} \leq 1$ %, sont données dans le tableau II.7.

		AF11	AF18
Ecroûissage cyclique	K' (MPa)	905	894
$\frac{\Delta\sigma}{2} = K' \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}\right)^{n'}$	n'	0,1037	0,0877

Tableau II.7 : Paramètres des lois d'écroûissage cyclique.

II.5.2.3 - Résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue sont définies dans un diagramme bilogarithmique $\text{Log } \Delta\varepsilon - \text{Log } N_R$. Les trois déformations $\Delta\varepsilon_t$, $\Delta\varepsilon_e$ et $\Delta\varepsilon_p$ sont définies pour chaque essai à $N_R/2$. Les courbes obtenues sont représentées sur la figure II.19 pour l'acier AF11 et sur la figure II.20 pour l'acier AF18. Les courbes obtenues pour la déformation plastique et la déformation élastique sont lissées respectivement par des droites et s'expriment par les lois puissances proposées par Manson-Coffin et par Basquin :

$$\text{loi de Manson-Coffin : } \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N_R)^c$$

où ε'_f et c sont appelés respectivement coefficient et exposant de ductilité en fatigue ;

$$\text{loi de Basquin : } \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_R)^b$$

où σ'_f et b sont appelés respectivement le coefficient et l'exposant de résistance en fatigue.

On obtient alors l'équation de la courbe de résistance à la fatigue $\Delta\varepsilon_t = f(N_R)$ sous la forme :

$$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f (2N_R)^c + \frac{\sigma'_f}{E} (2N_R)^b.$$

Des régressions linéaires en diagrammes bilogarithmiques, par la méthode des moindres carrés, permettent de déterminer les différents paramètres : ε'_f , c , σ'_f et b . Les lois obtenues pour les aciers étudiés sont regroupées dans le tableau II. 8.

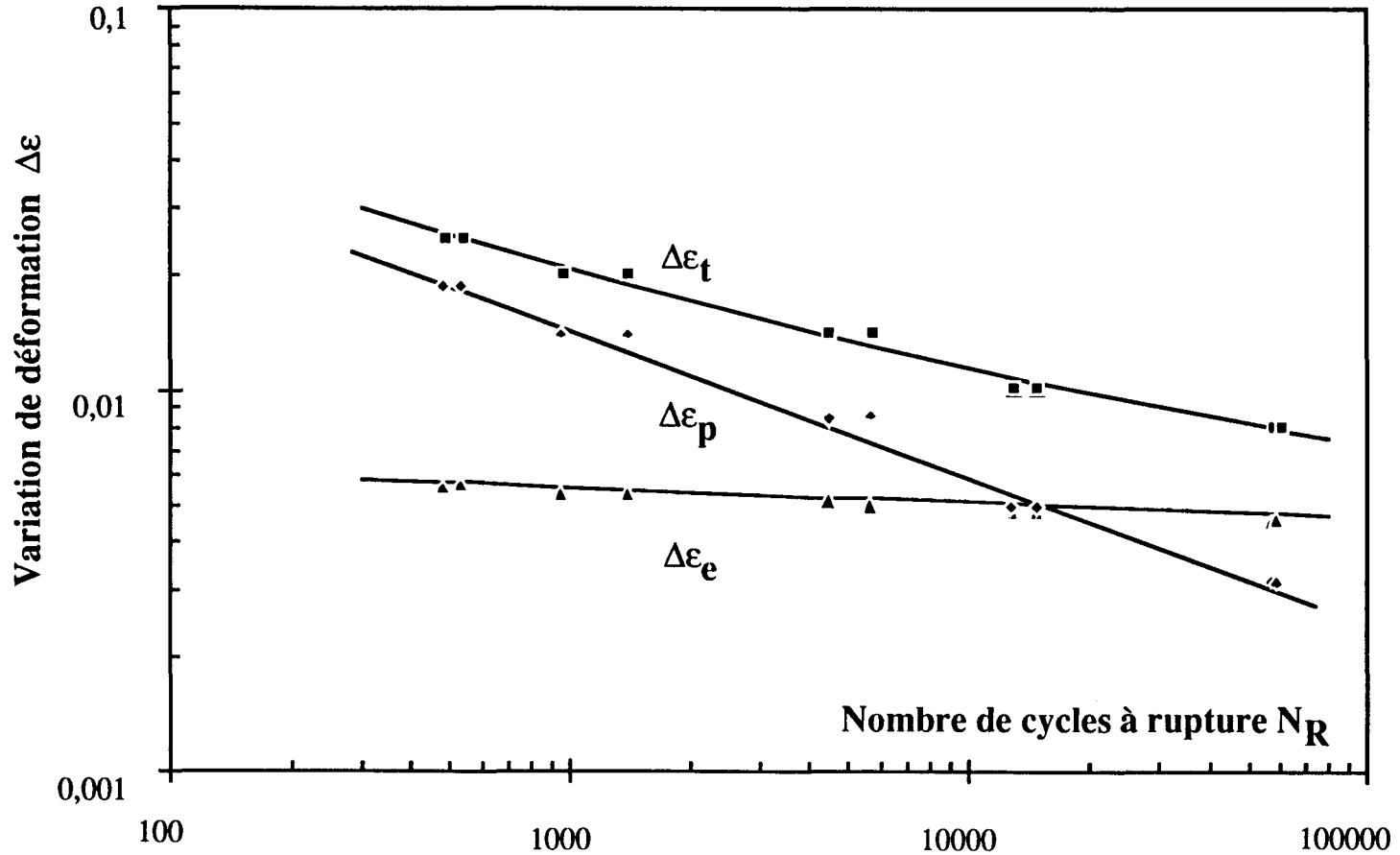


Figure II.19 : Courbes de résistance à la fatigue obtenues pour l'acier AF11.

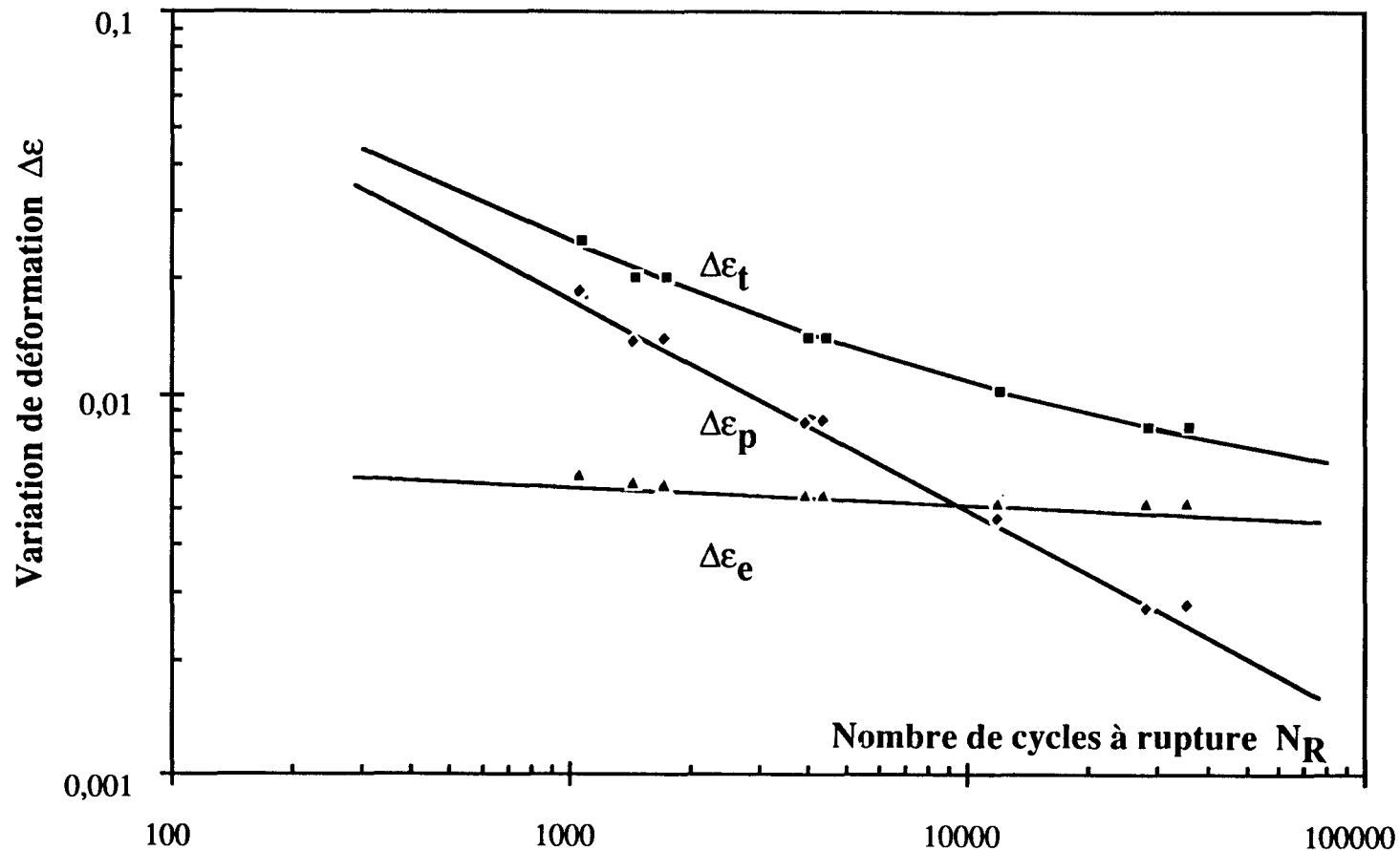


Figure II.20 : Courbes de résistance à la fatigue obtenues pour l'acier AF18.



		AF11	AF18
Loi de Manson-Coffin	ϵ'_f	0,1404	0,6435
$\frac{\Delta \epsilon_p}{2} = \epsilon'_f (2 N_R)^c$	c	- 0,3836	- 0,5544
Loi de Basquin	σ'_f (MPa)	742	859
$\frac{\Delta \sigma}{2} = \sigma'_f (2 N_R)^b$	b	- 0,0403	- 0,0485

Tableau II.8 : Lois de résistance à la fatigue.

Chapitre III : Discussion et interprétation

Dans ce chapitre, nous discutons et interprétons les résultats de traction monotone et de fatigue oligocyclique obtenus sur les deux aciers inoxydables austéno-ferritiques AF11 et AF18 étudiés, d'un point de vue macroscopique et microscopique.

Nous décomposons ce chapitre en trois parties principales. Dans un premier temps, nous décrivons les caractéristiques mécaniques macroscopiques essentielles sous chaque mode de sollicitation, en prêtant une attention particulière à l'influence de l'azote sur celles-ci, influence que nous essayons d'interpréter à la lumière de celle sur les aciers inoxydables austénitiques. Ensuite nous présentons et discutons les résultats obtenus par l'étude de l'endommagement en surface, sous chargement cyclique, basée sur des séries d'observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) des fûts d'éprouvettes cyclées à différents niveaux de déformations et fractions de durée de vie ; là aussi nous verrons que l'azote interstitiel joue un rôle décisif dans le comportement des aciers inoxydables austéno-ferritiques sous sollicitations cycliques. Enfin, pour expliquer et mieux comprendre les différents comportements observés, une troisième partie sera consacrée à l'étude de l'évolution de la microstructure de dislocations.

III.1 - Comportement mécanique macroscopique

Le comportement mécanique macroscopique étudié se compose du comportement en traction monotone et du comportement en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante et à vitesse de déformation totale constante.

III.1.1 - Comportement en Traction monotone

III.1.1.1 - Courbes de traction monotone

L'étude du comportement en traction monotone des aciers inoxydables austéno-ferritiques à l'azote ne constitue pas l'objectif essentiel de notre travail, mais ne doit tout de même pas être négligée. Nos essais de traction monotone ont été réalisés comme complémentaires des essais de fatigue plastique oligocyclique. Ils constituent ainsi une base de référence (comportement sous sollicitations monotones) pour les résultats de fatigue oligocyclique (comportement sous sollicitations cycliques alternées).

Les courbes conventionnelles de traction monotone, obtenues pour les deux aciers, sont comparées sur la figure III.1. Ces courbes montrent clairement que les niveaux de contrainte dans l'acier AF18 sont supérieurs à ceux dans l'acier AF11. Les caractéristiques mécaniques obtenues pour chaque acier ont été données dans le tableau II.5 du chapitre II.

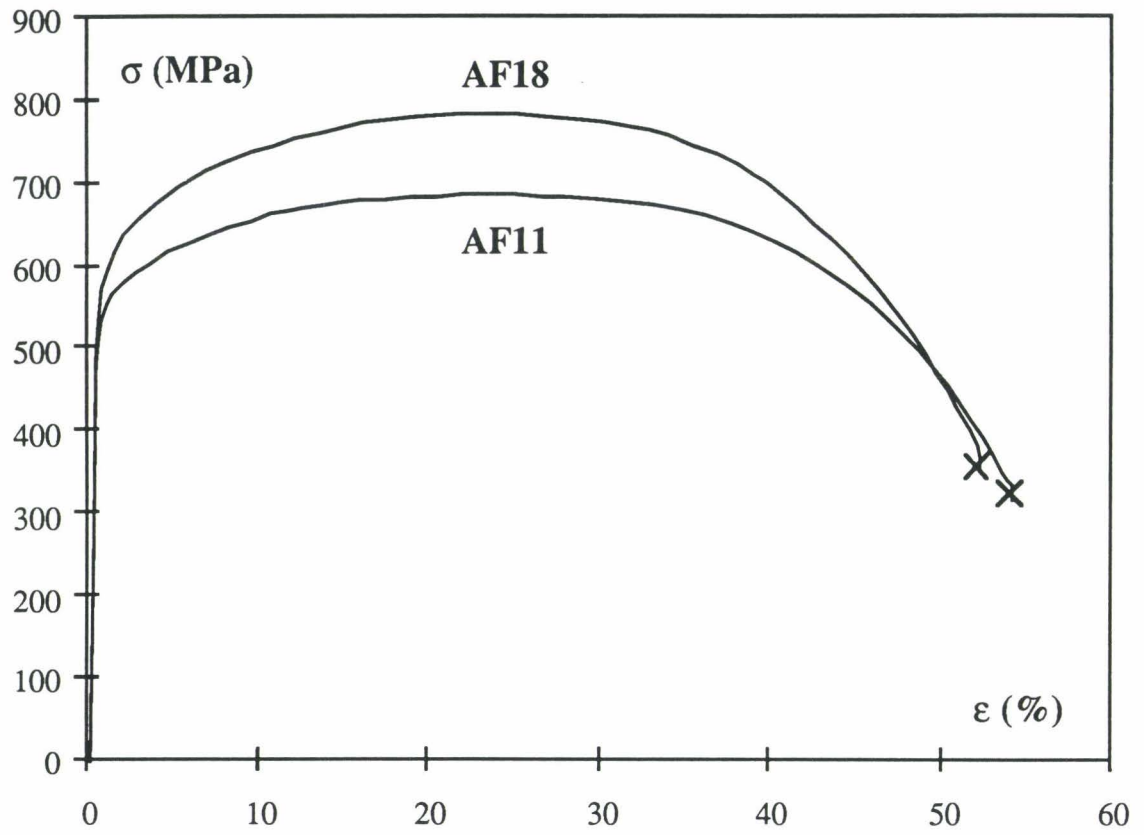


Figure III.1 : Courbes conventionnelles de traction monotone.

On remarque tout d'abord que les limites d'élasticité des deux aciers sont très voisines, donc peu sensibles à l'augmentation de la teneur en azote. Ce comportement paraît, à première vue, en désaccord avec celui qui a été observé dans les aciers inoxydables austénitiques, où l'addition d'azote accroît fortement la limite d'élasticité. Pourtant, ce comportement est tout à fait cohérent avec le modèle composite simple suivant :

Modèle composite simple (figure III.2)

Considérons un composite constitué de deux phases : une phase "molle" (A) et une phase "dure" (B), de même module d'Young E , mais de limites d'élasticité différentes ($R_{eA} < R_{eB}$). Le composite résultant (C) a une courbe de traction monotone caractérisée par le module d'Young E , la limite d'élasticité R_{eA} de la phase la plus molle, et une courbe d'écrouissage monotone intermédiaire entre les courbes d'écrouissage monotone des deux phases (A) et (B).

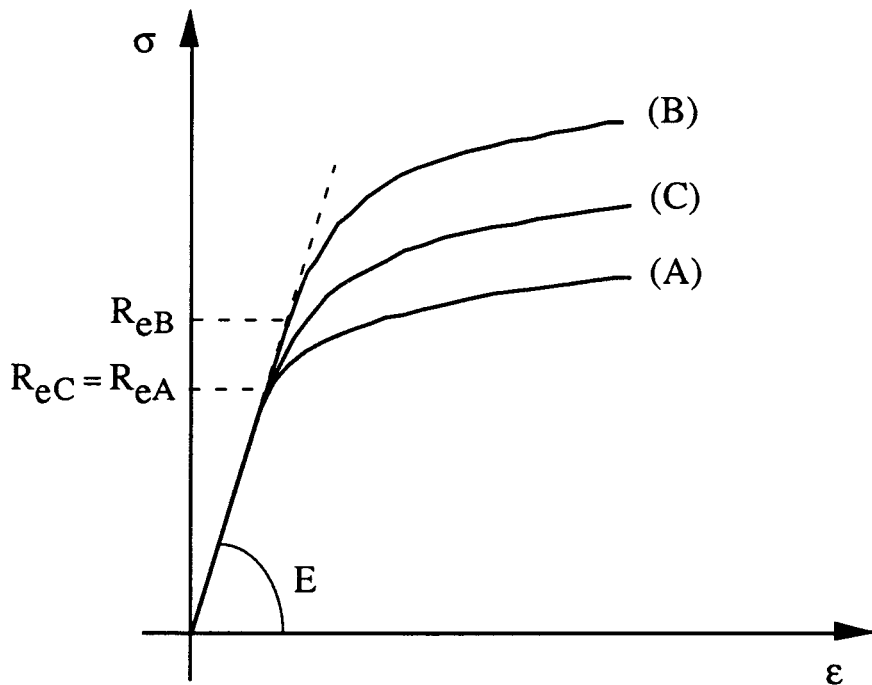


Figure III.2 : Schéma explicatif du comportement monotone d'un composite (C) constitué de deux phases (A) et (B).

Dans les aciers AF11 et AF18, les phases austénitiques sont respectivement chargées de 0,217 et 0,312 % N (voir tableau II.4 du chapitre II), teneurs en azote qui leur confèrent des limites d'élasticité nettement supérieures à celles des phases ferritiques.

La phase la plus molle, ici, est la ferrite, et la phase la plus dure est l'austénite.

Néanmoins, il faut souligner que le taux de durcissement attribué à l'azote dans la phase ferritique est très supérieur à celui dans la phase austénitique [Pickering, 1983] :

$$h_{\gamma} \approx 8 \text{ MPa} / 0,01 \% \text{ N}$$

$$h_{\alpha} \approx 30 \text{ MPa} / 0,01 \% \text{ N}$$

L'azote est en revanche fortement concentré dans la phase austénitique, ce qui conduit à un fort durcissement de cette phase, qui devient alors plus dure que la phase ferritique. Les contributions de l'azote aux limites d'élasticité des phases ferritique et austénitique résultantes ainsi définies sont données dans le tableau III.1.

	AF11		AF18	
	α	γ	α	γ
% N	0,023	0,217	0,030	0,312
ΔR_e (MPa)	69	174	90	250

Tableau III.1 : Contributions de l'azote aux limites d'élasticité des deux phases α et γ .

La différence existant entre la limite d'élasticité de l'acier AF11 et celle de l'acier AF18 s'explique par la légère différence de composition chimique de leurs phases ferritiques.

En effet, compte tenu des données de Pickering (1983) (figure I.29 du chapitre I), l'influence de la composition chimique sur la limite d'élasticité de la ferrite peut s'exprimer par la relation suivante :

$$R_{e\alpha} \text{ (MPa)} = \text{Constante} + 3000 (\% \text{ C} + \% \text{ N}) + 15 \% \text{ Mo} + 32 \% \text{ Mn} + 40 \% \text{ Cu} \\ + 85 \% \text{ Si} + 600 \% \text{ P} - 32 \% \text{ Cr}$$

Compte tenu des compositions chimiques des phases α des deux aciers AF11 et AF18 (Tableau II.3, chapitre II), il s'ensuit une différence :

$$(\Delta R_e \text{ AF11-AF18}) \text{ calculée} \approx 12 \text{ MPa,}$$

résultat très voisin de celui observé expérimentalement :

$$(\Delta R_e \text{ AF11-AF18}) \text{ exp.} = 20 \text{ MPa}$$

Certains auteurs [Wahlberg et Dunlop, 1987 ; Wahlberg, 1989] ont confirmé la plus forte dureté de la phase austénitique en présence d'azote, par des mesures de microdureté dans les deux phases d'aciers duplex dont les compositions sont très proches de celles des aciers que nous avons étudiés. Ils ont en effet observé qu'à partir de 0,12 - 0,13 % d'azote, la phase austénitique devient plus dure que la phase ferritique. Pour notre part, nous n'avons pu mesurer les microduretés des deux phases, en raison de la structure très fine des aciers étudiés, qui nécessite un appareil de mesure avec un plus fort grossissement que celui dont nous disposons. D'autres auteurs [Foct et al., 1991 ; Desestret et Charles, 1990 ; Lardon et al., 1988] ont aussi rapporté que la phase austénitique d'un acier duplex peut devenir, à partir d'une certaine teneur en azote, la phase la plus dure, sans définir la teneur en azote de transition. Seuls Foct et al. (1991) ont proposé la valeur de 0,2 %.

En revanche, la résistance à la rupture de l'acier AF18 est nettement supérieure à celle de l'acier AF11. En effet, comme dans les aciers inoxydables austénitiques, la résistance à la rupture des aciers duplex α/γ augmente avec l'augmentation de la teneur en azote. La résistance à la rupture des aciers inoxydables ferritiques est généralement inférieure à celle des aciers inoxydables austénitiques. Ceci résulte du fort écrouissage des aciers austénitiques par rapport à celui des aciers ferritiques.

Il est par ailleurs à noter, au bénéfice de l'azote, que son addition dans les aciers duplex ne s'accompagne que d'une très légère diminution de la ductilité. Celle-ci reste donc très élevée, avantage essentiel, vis à vis de la mise en forme en particulier.

La haute résistance mécanique des aciers duplex résulte de leur microstructure très fine et du couplage mécanique existant entre les deux phases. En effet, on sait que le durcissement d'un monocristal est essentiellement dû aux interactions mutuelles entre dislocations et entre dislocations et défauts ponctuels. L'écoulement plastique dépend du nombre de systèmes de glissement possibles et de la possibilité de glissement dévié. Dans les polycristaux, la présence de joints de grains entraîne un fort durcissement, attribué à la difficulté de propagation de l'écoulement plastique d'un grain à l'autre. Etant donné que dans les aciers duplex, les caractéristiques des grains diffèrent de l'un à l'autre (microstructure, orientation, forme, taille, ...), les joints de grains jouent à la fois un rôle passif, c'est à dire d'obstacles au mouvement des dislocations, et un rôle actif, c'est à dire de sources ou puits pour la création ou l'annihilation des dislocations. Dans les aciers duplex, les joints de phases contribuent à un durcissement supplémentaire ; de plus la différence de résistance mécanique entre les phases rend plus difficile l'écoulement plastique, ce qui se traduira par ailleurs en fatigue par une réduction de la vitesse de propagation de fissures.

Le durcissement de la phase austénitique favorisé par l'addition d'azote peut s'expliquer de deux façons : par un phénomène d'interactions directes entre les dislocations et les atomes d'azote en solution solide interstitielle [Degallaix, 1986] et par l'existence de zones d'un ordre à courte distance entre l'azote et d'autres éléments d'alliages [Byrnes et al., 1987 ; Wahlberg, 1989 ; Grujicic et al., 1988]. Une mise en ordre à courte distance constitue une entrave au mouvement des dislocations, d'autant plus que la teneur en azote augmente [Byrnes et al. 1987], donc que les zones d'ordre à courte distance sont plus nombreuses.

III.I.1.2 - Courbes d'érouissage monotone

Les courbes d'érouissage monotone, $\text{Log}(\sigma_v) - \text{Log}(\epsilon_{pv})$, présentées figure III.3, ne peuvent pas être ajustées par des droites en diagramme bilogarithmique, conformément à la loi d'érouissage de Ludwik (1909) habituellement utilisée pour caractériser l'érouissage monotone :

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

En fait, ces courbes présentent une concavité dirigée vers le haut. Ce même comportement a été préalablement observé par Soussan (1986) sur des aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12 alliés à l'azote, dans le domaine de déformation plastique vraie $0,1 \leq \epsilon_{pv} \leq 5 \%$ (figure III.5). On constate que les points expérimentaux, reportés en figure III.3 en diagramme bilogarithmique, peuvent être lissés non pas par une, mais par par deux droites de pentes différentes.

Ludwigson (1971) a montré, sur des aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12, que le modèle de Ludwik n'est applicable qu'à haut niveau de déformation ; à bas niveau de déformation, il propose un modèle de Ludwik modifié :

$$\sigma_v = K_1(\epsilon_{pv})^{n_1} + \delta$$

où $\delta = \exp(K_2 + n_2 \epsilon_{pv})$ est la déviation, à bas niveau de déformation, par rapport à la droite de Ludwik, elle-même définie à haut niveau de déformation (figure III.4).

Low et Garofalo (1947) ont aussi mis en évidence que la relation de Ludwik ne constitue pas une modélisation adéquate de l'écoulement plastique des aciers inoxydables austénitiques type Z2 CND 17-08 ; ils suggèrent que la déviation par rapport à la droite de Ludwik résulte d'un changement de phase durant la déformation, possible dans ces aciers relativement instables (apparition de la martensite à forte déformation). Néanmoins, les résultats rapportés ultérieurement par Ludwigson (1971) et Mannan et al. (1982), montrent

que cette déviation est observable dans toutes les structures métalliques à basse énergie de faute d'empilement, même lorsqu'elles ne présentent pas de changement de phase au cours de la déformation. Ludwigson a attribué cette déviation à un changement de mode de glissement des dislocations : le mode de glissement est essentiellement plan à bas niveau de déformation, tandis qu'il devient multiple (présence en particulier de glissement dévié) et conduit à la formation de cellules de dislocations à haut niveau de déformation. Ces suggestions de Ludwigson sur les aciers inoxydables austénitiques stables, ont été confirmées par la suite, à l'aide d'analyses microstructurales, par Donadille et al. (1979), sur un acier inoxydable austénitique Z2 CND 17-12. Ces auteurs ont mis en évidence, par microscopie électronique en transmission, la transition d'un mode de glissement plan à un mode de glissement multiple, dont le glissement dévié, conduisant à la formation de cellules de dislocations, lorsqu'on passe d'un faible à un haut niveau de déformation.

Mannan et al. (1981) interprètent les résultats de Ludwigson à partir des divers types d'arrangements de dislocations rencontrés au cours de la déformation d'un polycristal, arrangements nécessaires à la compatibilité des déformations entre grains. En effet, dans un polycristal où les grains sont orientés au hasard, la compatibilité des déformations aux joints de grains impose un multiglisement au voisinage des joints de grains. Le volume occupé par les zones de multiglisement augmente avec la déformation. D'après Ashby (1970), la déformation d'un polycristal procède en trois phases :

- au début de la déformation plastique, les premières dislocations qui apparaissent sont les dislocations dites "statistiquement stockées". Ces dislocations apparaissent à l'intérieur des grains, pour assurer la déformation du grain. Le glissement est dans ce cas essentiellement plan ;

- lorsque le niveau de déformation plastique augmente, un second type de dislocations apparaît aux joints de grains. Ces dislocations sont appelées "géométriquement nécessaires". Ces dislocations assurent la compatibilité de la déformation entre grains adjacents. Elles occupent un volume croissant avec l'augmentation de la déformation plastique ;

- à haut niveau de déformation, la densité de dislocations "géométriquement nécessaires" devient supérieure à celle des dislocations "statistiquement stockées". Le glissement multiple devient alors prédominant et conduit à la formation de la structure cellulaire favorisée par le glissement dévié.

La transition entre les deux modes, du glissement plan au glissement multiple, décrits précédemment correspond alors à la déformation à partir de laquelle le multiglisement devient prédominant, ou, suivant le modèle d'Ashby (1970), à la déformation à partir de laquelle la densité des dislocations "géométriquement nécessaires" contrôle l'écroutissage du polycristal.

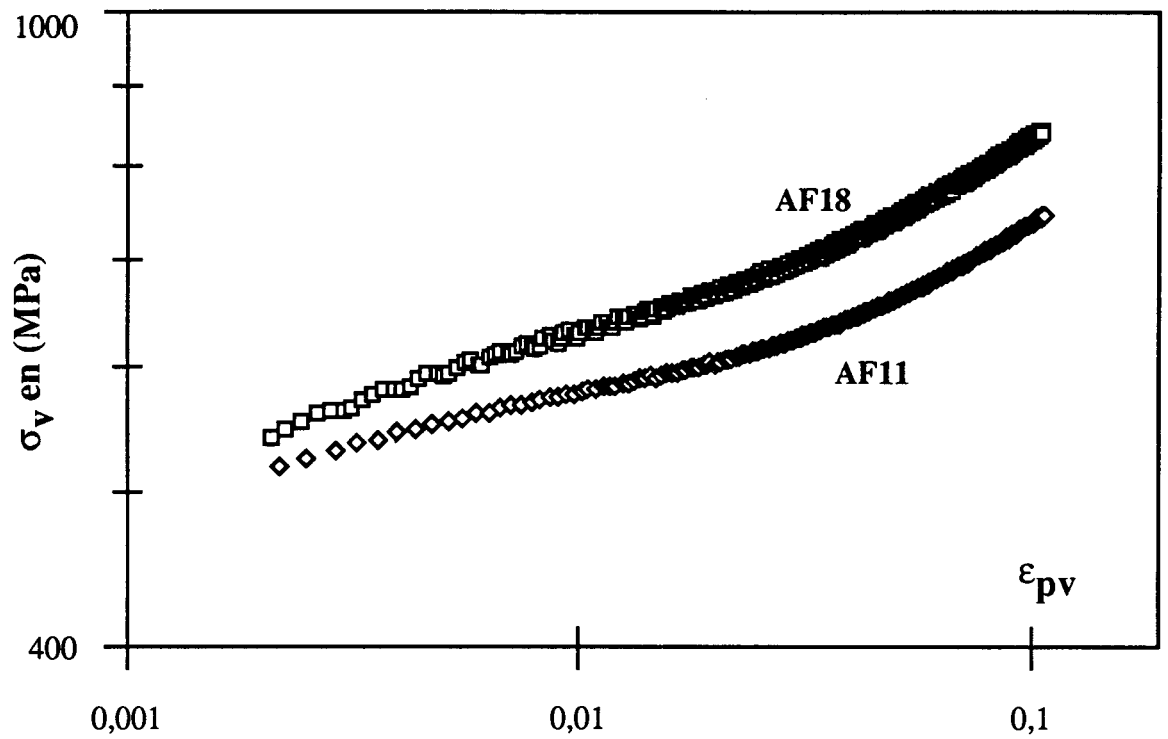


Figure III.3 : Courbes d'écouissage monotone $\sigma_v = f(\epsilon_{pv})$ pour les deux aciers, tracées dans un diagramme bilogarithmique.

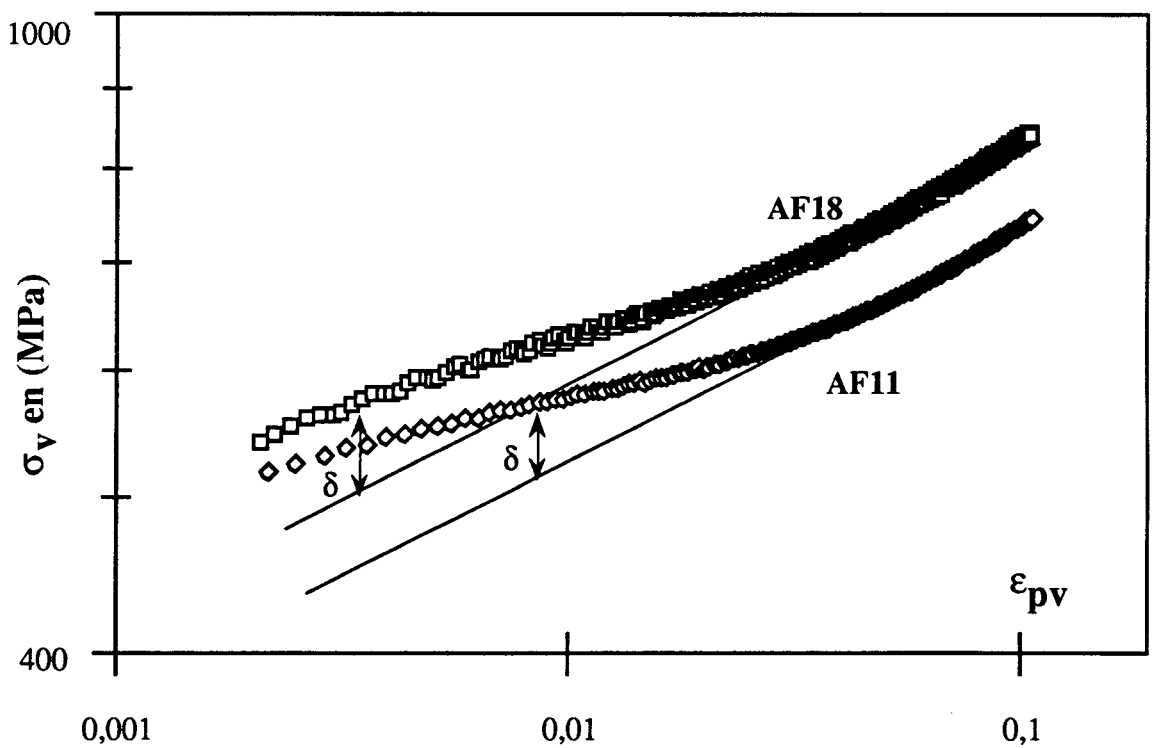


Figure III.4 : Courbes d'écouissage monotone $\sigma_v = f(\epsilon_{pv})$, droites de Ludwik et déviations δ de la droite de Ludwik, en diagramme bilogarithmique.

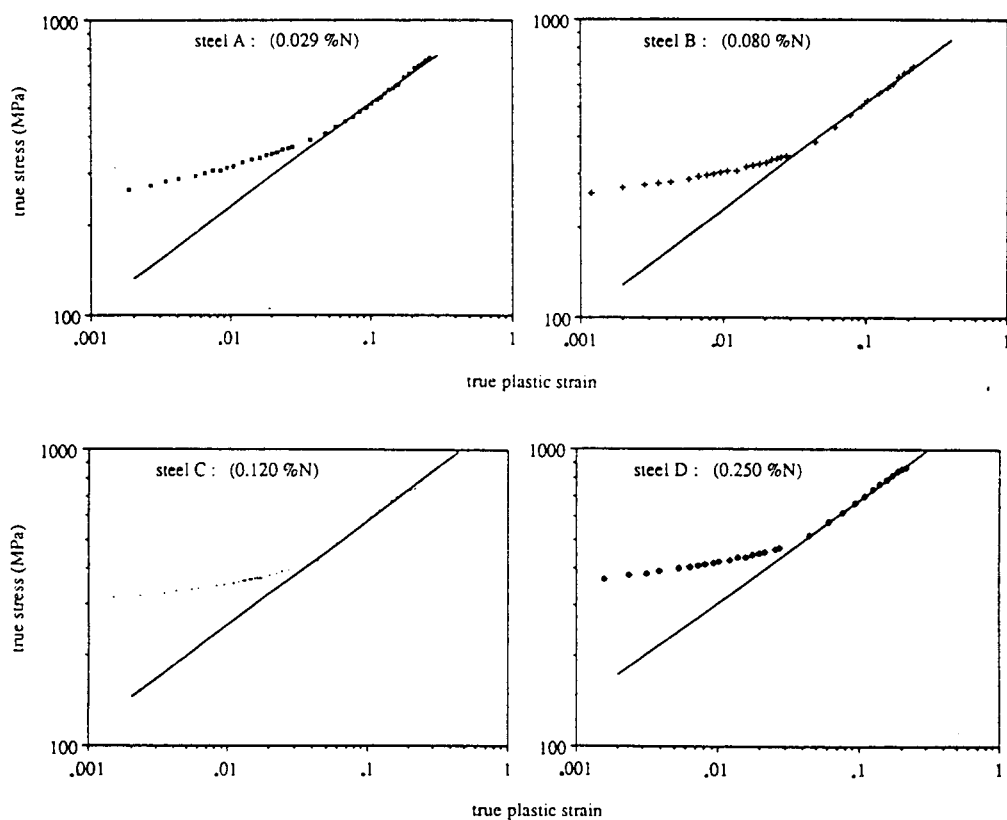


figure III.5 : Courbes d'écroutissage monotone des aciers inoxydables austénitiques à l'azote type Z2 CND 17-12, d'après [Soussan et al., 1991].

III.1.2 - Comportement en fatigue oligocyclique

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques n'ont fait l'objet, à notre connaissance, que de peu d'études concernant leur comportement en fatigue plastique oligocyclique [Lardon, 1986 ; Magnin et al., 1988 (a) ; Foct et al., 1991, Xia et Wang, 1992]. Par ailleurs, les études concernant l'influence de l'azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique d'aciers duplex sont jusqu'ici inexistantes ou au moins non publiées ; seules les études concernant l'influence de l'azote sur le comportement, cyclique et monotone, des aciers inoxydables austénitiques [Degallaix, 1986, Degallaix et al., 1983, 1984, 1987, 1988 (a) et (b) ; Nilsson et Thorvaldsson., 1985 ; Nilsson, 1983, 1984 ; Soussan, 1989 ; Soussan et al., 1991 ; Dhers, 1988], et sur le comportement monotone des aciers duplex [Wahlberg, 1989 ; Wahlberg et al., 1988 ; Wahlberg et Dunlop 1987 ; Foct, 1993] nous serviront de référence pour l'interprétation du comportement en fatigue des aciers inoxydables austéno-ferritiques alliés à l'azote.

Les résultats de fatigue oligocyclique ont été obtenus sur des éprouvettes cyclées jusqu'à rupture. Rappelons que le cycle stabilisé de référence était défini à 50 % de la durée de vie.

III.1.2.1 - Evolution des contraintes au cours du cyclage

Les courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage, $\sigma_a = f(N)$, sont présentées figure III.6 pour les deux aciers étudiés ; elles sont tracées dans un diagramme semi-logarithmique. Ces courbes sont semblables du point de vue forme : elles sont toutes constituées de trois phases principales : une première phase dite d'accommodation, qui dure de 1 à 10 % de la durée de vie, constituée d'un durcissement rapide, où l'amplitude de la contrainte augmente jusqu'à atteindre un maximum, suivi d'un adoucissement qui se manifeste par une diminution de l'amplitude de la contrainte ; une deuxième phase dite de saturation, qui couvre 70 à 90 % de la durée de vie, où la contrainte se stabilise ou varie très peu ; et enfin une dernière phase de chute brutale de la contrainte, qui dure de 5 à 10% de la durée de vie et correspond à la propagation d'une fissure macroscopique, avant rupture brutale finale.

Comme pour la traction monotone, les niveaux de contrainte pour un même niveau de déformation sont nettement supérieurs dans l'acier AF18 à ceux dans l'acier AF11.

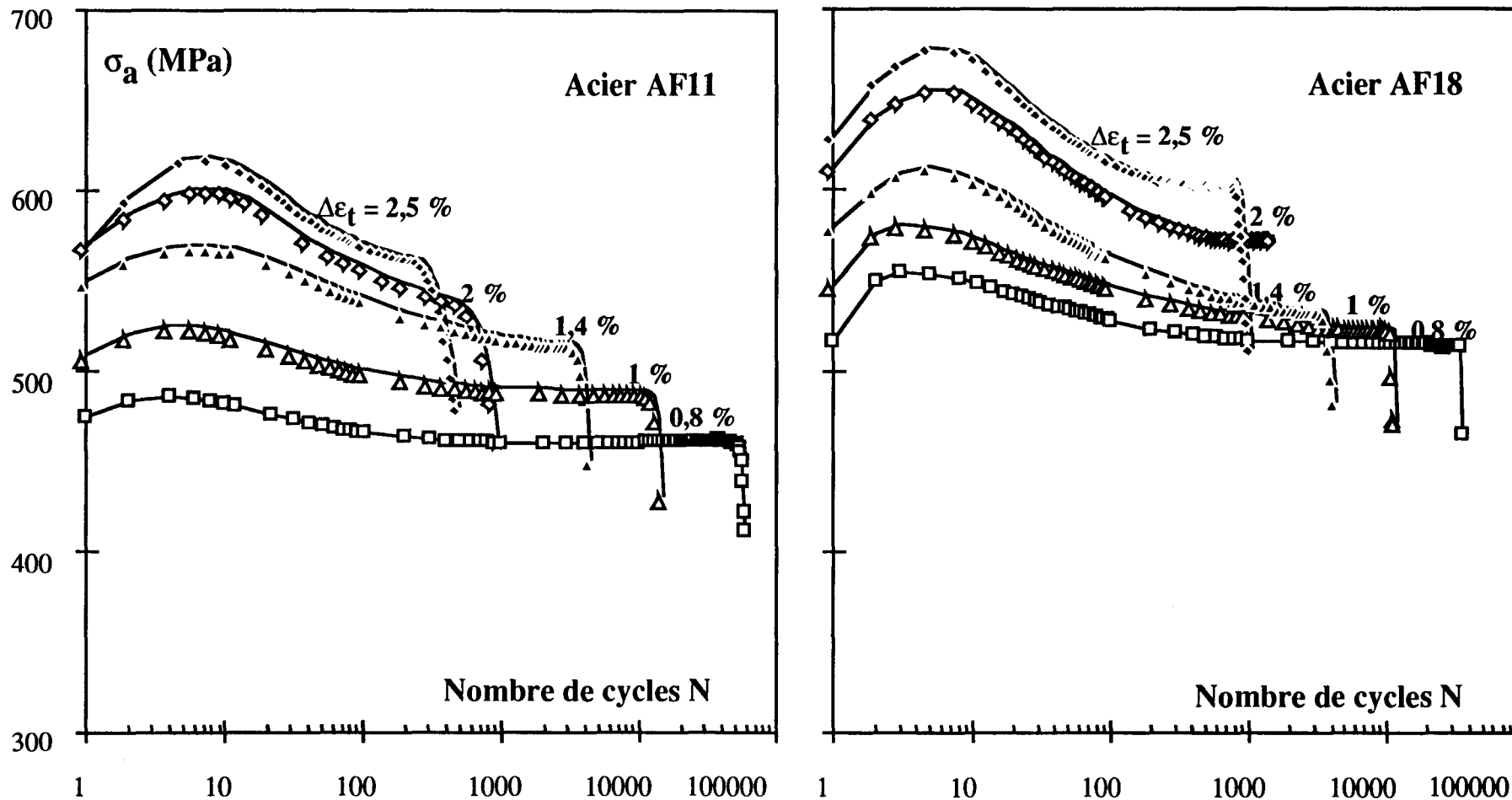


Figure III.6 : Courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.



Les deux matériaux durcissent rapidement pendant les 10 premiers cycles environ, puis s'adoucissent plus lentement jusqu'à stabilisation de la contrainte. On constate que la durée du durcissement est beaucoup plus courte que celle de l'adoucissement. On remarque également que le durcissement et l'adoucissement sont d'autant plus prononcés que le niveau de déformation et que la teneur en azote sont élevés. Afin de mieux visualiser le durcissement et l'adoucissement constatés au cours des essais, nous avons quantifié :

- le taux de durcissement (ou durcissement relatif) défini par :

$$\delta_d = \frac{(\sigma_a)_{\max} - (\sigma_a)_0}{(\sigma_a)_{\max}}$$

où $(\sigma_a)_{\max}$ est l'amplitude de la contrainte maximale atteinte durant le cyclage et $(\sigma_a)_0$ est l'amplitude de la contrainte initiale ;

- le taux d'adoucissement (ou adoucissement relatif) par :

$$\delta_a = \frac{(\sigma_a)_{\max} - (\sigma_a)_s}{(\sigma_a)_{\max}}$$

où $(\sigma_a)_s$ est l'amplitude de la contrainte au cycle stabilisé de référence.

Les courbes de l'adoucissement et du durcissement relatifs en fonction de la déformation totale imposée, pour les deux aciers, sont données à la figure III.7. On constate que dans les deux aciers, les taux d'adoucissement sont supérieurs aux taux de durcissement, c'est à dire que les deux matériaux s'adoucissent plus qu'ils ne durcissent. Il s'ensuit que les niveaux de contrainte stabilisés sont inférieurs aux niveaux de contrainte initiaux.

Si on compare d'une part les taux de durcissement, d'autre part les taux d'adoucissement, on constate que :

- le taux de durcissement dans l'AF18 est supérieur au taux de durcissement dans l'AF11 ; l'écart est surtout observable à bas niveau de déformation. Néanmoins, la variation du taux de durcissement avec le niveau de déformation dans l'AF11 est supérieure à celle du taux de durcissement dans l'AF18 :

- le taux d'adoucissement dans l'AF18 est toujours supérieur à celui dans l'AF11.

Le durcissement rapide observé durant la phase d'accommodation est attribué à l'augmentation de la densité de dislocations et à la création de défauts ponctuels au fur et à mesure de l'augmentation de la déformation plastique accumulée. Cette augmentation de

défauts s'accompagne d'une augmentation des interactions défauts/interstitiels et défauts/zones d'ordre à courte distance, existant essentiellement dans la phase austénitique riche en azote interstitiel (probablement zones d'ordre à courte distance N-Cr, Mo ou Mn).

Le comportement d'adoucissement après un rapide durcissement a été également observé par Degallaix (1986) dans des aciers inoxydables austénitiques fortement chargés en azote, et par Shibata et al. (1985), dans des aciers inoxydables austénitiques de la série AISI 300 fortement chargés en azote ou en carbone, et dans des alliages austénitiques Fe-Mn-N ou Fe-Mn-C. Le même comportement de durcissement-adoucissement a également été observé par Xia et Wang (1992) sur des aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques Fe-Cr-Mn-N (17 % Cr - 14 % Mn - 0,25 % N). Shibata et al. rapportent en particulier que l'adoucissement est beaucoup plus intense en présence d'azote qu'en présence de carbone. Il semble donc que dans les aciers AF11 et AF18, l'azote interstitiel est responsable de l'adoucissement observé durant la phase d'accommodation. En effet, Magnin et al. (1988 (a)) n'ont pas observé de comportement de durcissement-adoucissement à fort niveau de déformation, sur un acier inoxydable austéno-ferritique faiblement chargé en azote (Uranus 50, allié à 0.072 % N).

Degallaix (1986) a rapporté que les caractéristiques du durcissement-adoucissement propres à la phase d'accommodation des aciers inoxydables austénitiques à forte teneur en azote sont gouvernées par la contrainte de frottement (contrainte effective, activée thermiquement) qui résulte des interactions à courte distance. L'adoucissement cyclique traduit alors une déstabilisation des modes de durcissement vis à vis du chargement cyclique. Une partie des obstacles aux dislocations s'efface progressivement au cours du cyclage : dissolution des nuages de Cottrell formés par des dislocations hautement amassées dans des bandes de glissement intenses créées en début de cyclage. Le même type d'explication, à savoir un effacement progressif d'obstacles, a été proposé par Pineau (1976) et Pineau et Petrequin (1980) sur un alliage à base de nickel (Waspaloy) avec précipités (Ni_3TiAl), en distinguant entre les précipités de grande dimension ($\phi \approx 900 \text{ \AA}$) qui sont contournés par les dislocations, et les précipités de petite dimension ($\phi \approx 80 \text{ \AA}$) qui sont cisailés par les dislocations. Dans le deuxième cas ils ont observé un durcissement suivi d'un adoucissement.

Xia et Wang (1992) ont réalisé des observations au microscope électronique en transmission, sur des aciers duplex α/γ Fe-Cr-Mn-N, durant la phase d'adoucissement ; ils ont observé l'existence de structures cellulaires de dislocations irrégulières et incomplètes, ce qui traduit un début de localisation de la déformation plastique. Ils ont rapporté que la présence de structures cellulaires est responsable du comportement d'adoucissement observé.

La phase de stabilisation de la contrainte présente un léger adoucissement lorsque la déformation augmente, d'autant plus faible que la teneur en azote augmente, en particulier à fort niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t \geq 2\%$) (figures II.16 et II.18 du chapitre II).

Enfin, la durée de la phase de chute de contrainte, ou phase de propagation d'une fissure principale, augmente lorsque le niveau de déformation diminue et lorsque la teneur en azote augmente (figures II.16 et II.18 du chapitre II). Ceci est dû à la difficulté de propagation de fissures provoquée par le durcissement de la phase austénitique.

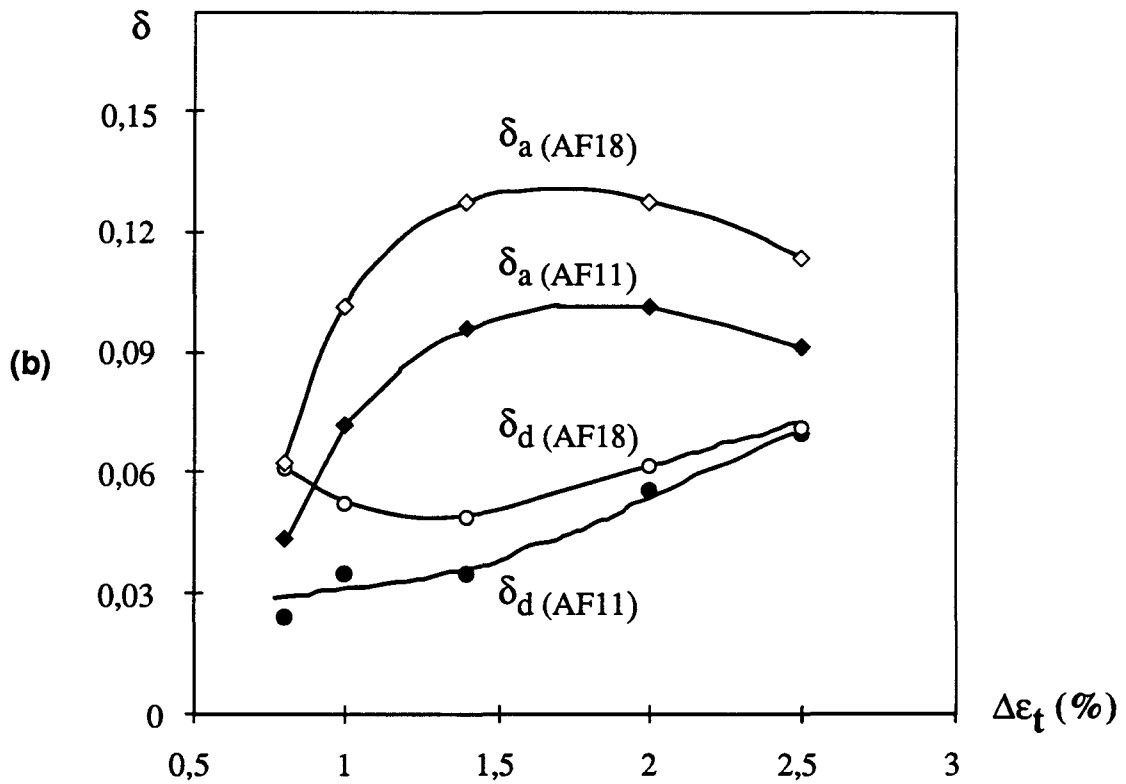
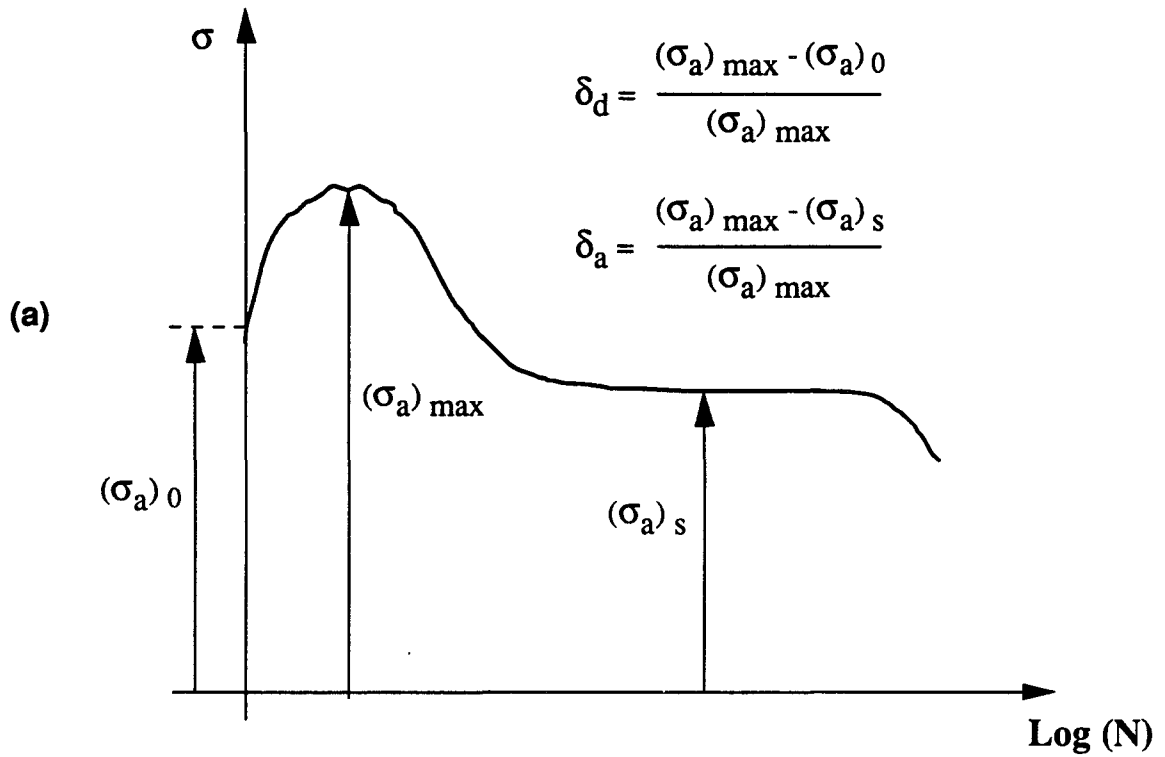


Figure III.7 : (a) Définition des taux de durcissement et d'adoucissement ;
 (b) Taux de durcissement δ_d et taux d'adoucissement δ_a en fonction de la déformation appliquée et de la teneur en azote.

III.1.1.2 - Ecroissements cyclique et monotone

Les courbes d'écroissage cyclique (point par point), définissant la correspondance entre amplitude de contrainte et amplitude de déformation totale au cycle stabilisé, sont comparées aux courbes d'écroissage monotone (qui correspondent au premier quart de cycle en fatigue), pour les deux aciers étudiés, sur la figure III.8, dans le domaine de déformation ε_{ta} , $\varepsilon_t \leq 1,5$ %.

On remarque que les courbes d'écroissage cyclique sont très légèrement inférieures aux courbes d'écroissage monotone, cet écart étant légèrement plus important dans le cas de l'acier AF18. Ceci est la conséquence directe des comportements d'accommodation, où le taux d'adoucissement est supérieur au taux de durcissement, et où le taux d'adoucissement augmente avec l'augmentation de la teneur en azote.

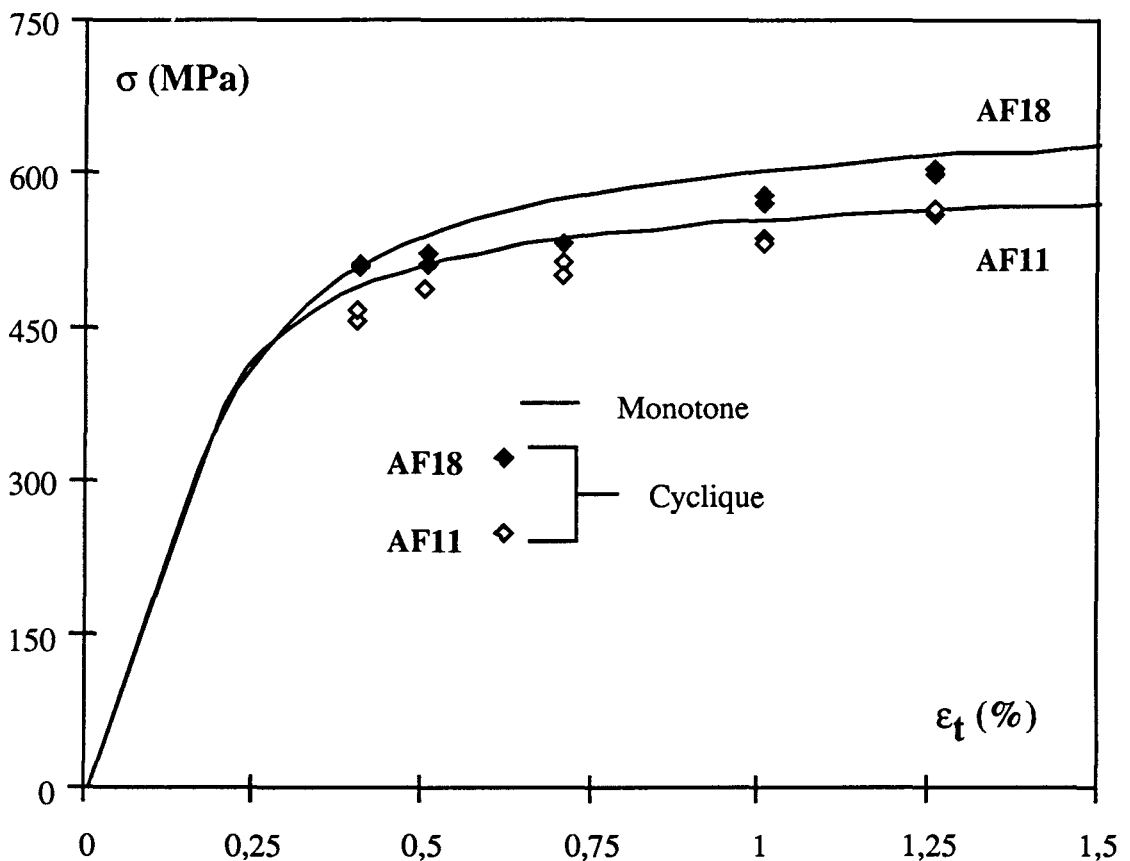


Figure III.8 : Ecroissements cyclique et monotone.

Les courbes d'écroissage cyclique, $\sigma_a = f(\varepsilon_{pa})$, sont données en diagramme bilogarithmique à la figure III.9. Les points expérimentaux sont ajustés par des droites à

l'aide d'une régression linéaire, par la méthode des moindres carrés, et conduisent aux lois d'érouissage cyclique, $\sigma_a = K'(\epsilon_{pa})^{n'}$, définies dans le tableau II.7 du chapitre II.

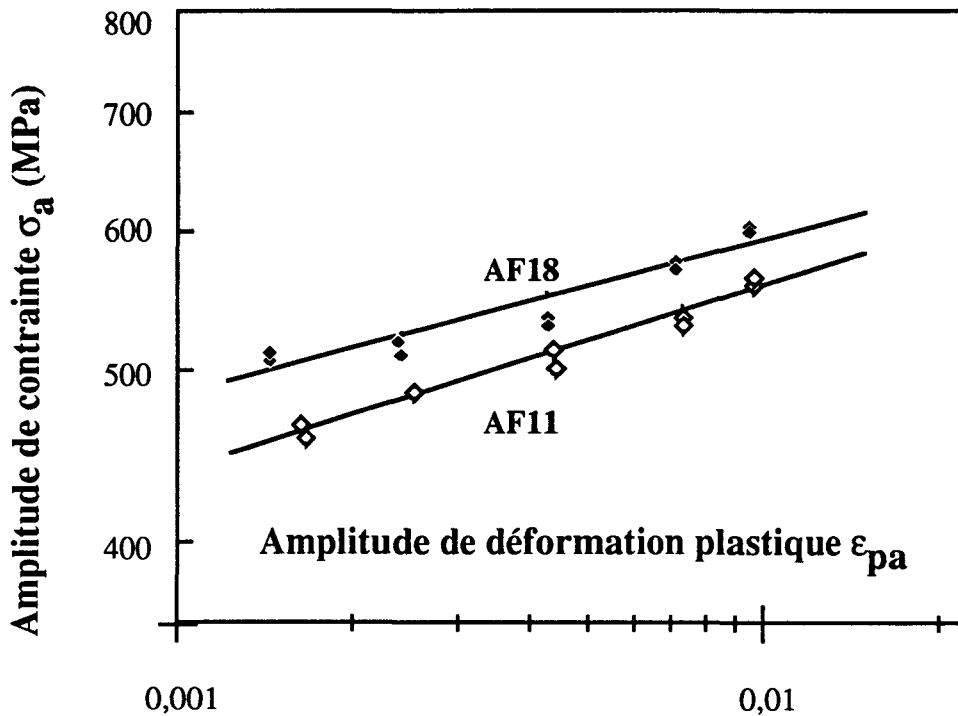


Figure III.9 : Courbes d'érouissage cyclique $\sigma_a = K' (\epsilon_{pa})^{n'}$, en diagramme bilogarithmique.

On constate que les points expérimentaux concernant l'acier AF11 sont mieux ajustés par une droite, alors que ceux concernant l'acier AF18 présentent, comme pour l'érouissage monotone, une concavité dirigée vers le haut. Ce phénomène est à rapprocher de celui observé par Soussan et al. (1991) sur des aciers inoxydables austénitiques alliés à l'azote, en traction monotone (figure III.5). Néanmoins, nous avons ajusté les points expérimentaux par des droites, pour permettre une comparaison entre les deux aciers. On constate que la pente obtenue pour l'AF11 est légèrement supérieure à celle obtenue pour l'AF18, l'acier AF18 restant néanmoins plus dur que l'acier AF11 dans le domaine d'érouissage étudié. Cette dernière description des droites d'érouissage cyclique est à rapprocher de celle de Degallaix (1986) concernant les droites d'érouissage monotone d'aciers inoxydables austénitiques AISI 316L-316LN (figure III.10), différemment chargés en azote ; les niveaux de contrainte augmentent lorsque la teneur en azote augmente, alors que les pentes diminuent.

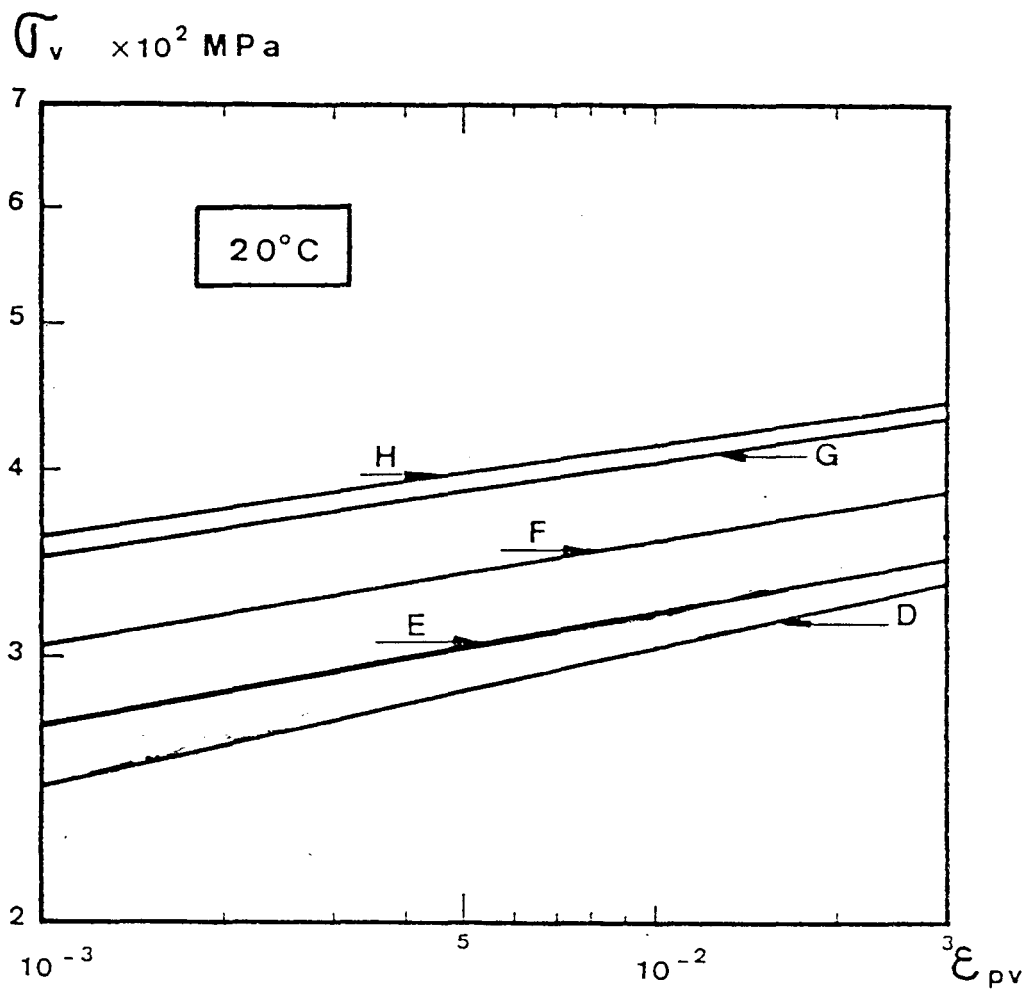


Figure III.10 : Droites d'écouissage monotone des aciers inoxydables austénitiques alliés à l'azote AISI 316L-316LN, d'après [Degallaix, 1986] où les aciers D, E, F, G, H sont respectivement chargés de 0,07 ; 0,08 ; 0,12 ; 0,21 et 0,25 % N.

III.1.2.3 - Résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue obtenues pour les deux aciers sont représentées sur la figure III.11 : à savoir les variations de déformation totale $\Delta\varepsilon_t$, plastique $\Delta\varepsilon_p$ et élastique $\Delta\varepsilon_e$ en fonction du nombre de cycles à rupture N_R . Ces courbes sont tracées dans un même diagramme bilogarithmique.

Les paramètres définissant les lois de Manson-Coffin :

$$\varepsilon_{pa} = \varepsilon'_f (2 N_R)^c$$

et de Basquin :

$$\sigma_a = \sigma'_f (2 N_R)^b$$

ont été déterminés par régression linéaire dans un

, diagramme bilogarithmique, par la méthode des moindres carrés. Ces paramètres ont été précédemment consignés dans le tableau II.8 du chapitre II.

Si on compare les durées de vie obtenues pour les deux aciers, on remarque qu'à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t < 1,4 \%$), les durées de vie de l'acier AF11 sont supérieures à celles de l'acier AF18. En revanche, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t > 1,4 \%$), les durées de vie de l'acier AF18 sont supérieures à celles de l'acier AF11. Ceci signifie que l'addition d'azote dans les aciers duplex, n'améliore la durée de vie qu'à haut niveau de déformation. Signalons que Degallaix (1986) a constaté que l'azote améliore la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques en fatigue oligocyclique d'une façon d'autant plus significative que le niveau de déformation est élevé.

Si on compare les droites plastiques, dites encore droites de Manson-Coffin, on constate que la pente obtenue pour l'AF11 est inférieure à celle obtenue pour l'AF18 ; les droites se coupent pour un niveau moyen de déformation totale ($\approx 1,4 \%$). Néanmoins, nous n'avons pas observé de changement de pente pour un même acier, comme l'avaient observé préalablement Magnin et al. (1988 (a)) sur un acier duplex austéno-ferritique faiblement chargé en azote (0,072 % N) (figure III.12).

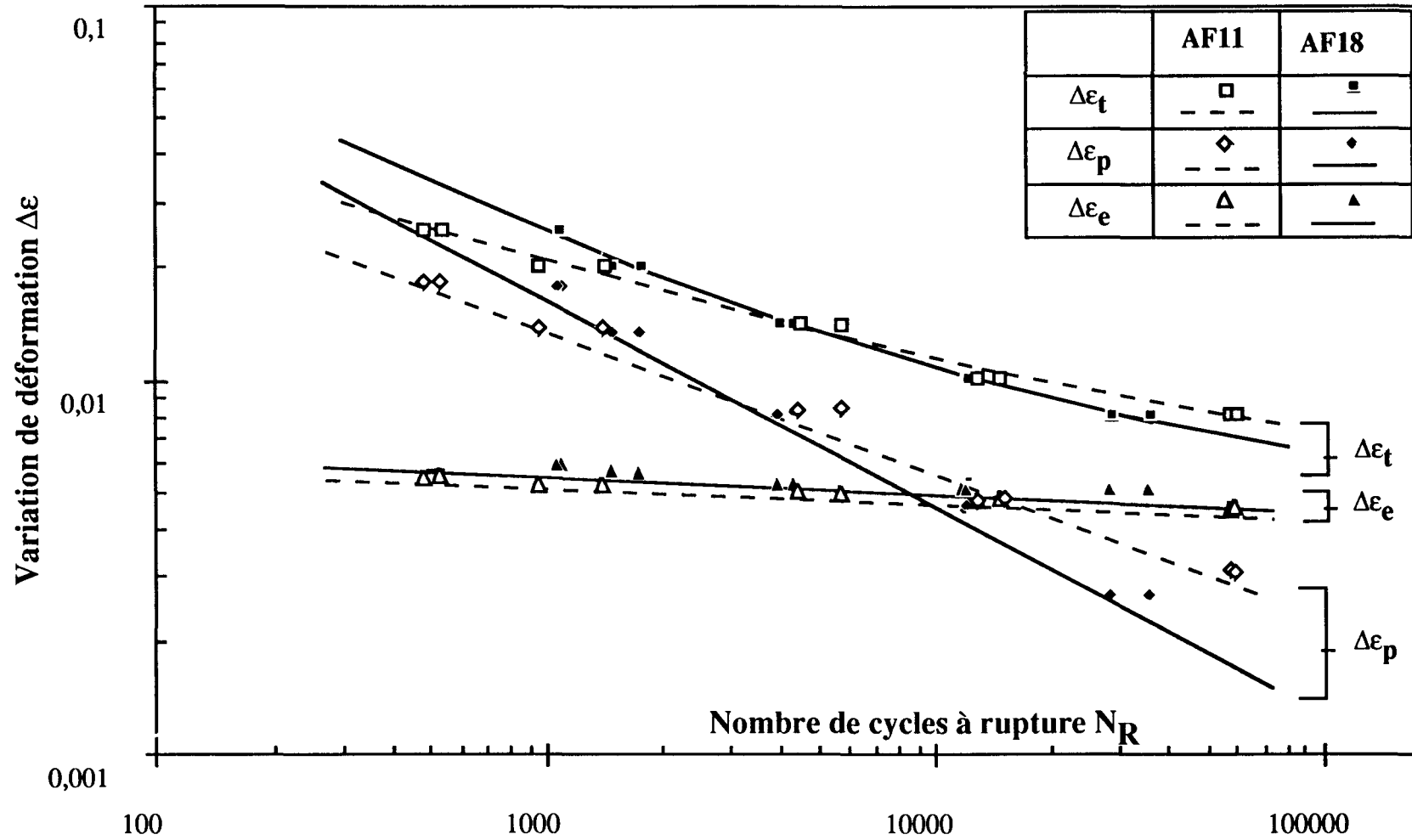


Figure III.11 : Courbes de résistance à la fatigue pour les deux aciers, dans un diagramme bilogarithmique.

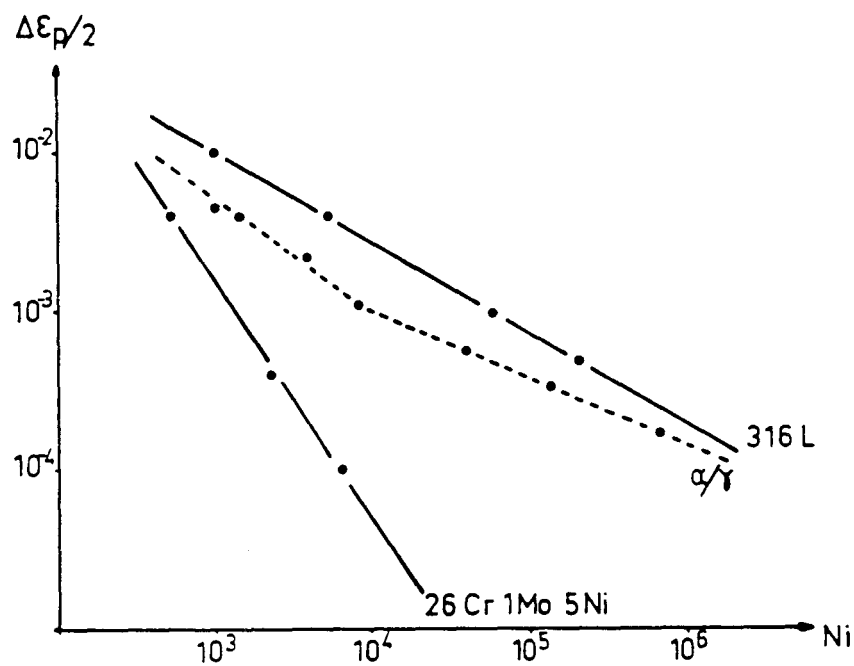


Figure III.12 : Courbe de Manson-Coffin obtenue sur un acier inoxydable duplex austéno-ferritique (Uranus 50) à 0,072 % N, comparée à celle d'un acier inoxydable austénitique (316L) et à celle d'un acier inoxydable ferritique (26Cr-1Mo-5Ni), d'après [Magnin et al., 1988 (a)].

III.2 - Endommagement par fatigue oligocyclique

A température ambiante, l'endommagement par déformation plastique cyclique procède par l'apparition de lignes de glissement en surface, s'intensifiant jusqu'à la création d'intrusions-extrusions ; celles-ci sont des sites privilégiés pour l'amorçage des microfissures en surface, qui vont ensuite croître et coalescer en surface, avant de créer une microfissure qui se propagera ensuite en profondeur. Cet endommagement progressif, qui a lieu durant la phase d'accommodation et la phase de saturation, traduit macroscopiquement les phénomènes microscopiques d'évolution de la microstructure interne du matériau, à savoir l'évolution de la sous-structure des dislocations. L'étude de l'évolution de l'endommagement superficiel au cours d'essais de fatigue doit nous permettre de mieux comprendre le comportement en fatigue plastique oligocyclique des matériaux étudiés. Dans ce but, nous avons procédé à l'observation, par microscopie électronique à balayage, d'éprouvettes déformées cycliquement. Deux types d'observations ont été réalisés. Le premier type portait sur des éprouvettes cyclées jusqu'à rupture et attaquées ensuite chimiquement à l'eau régale. Ce premier type d'observations nous a permis de mettre en évidence la localisation des fissures secondaires. Néanmoins, ce type d'observation a l'inconvénient de ne pas permettre l'observation des bandes de glissement, car celles-ci sont en grande partie détruites par l'attaque chimique. Le second type d'observations a permis la mise en évidence de l'endommagement en surface et des sites d'amorçage des microfissures. Ces observations étaient réalisées sur des éprouvettes attaquées chimiquement avant essai, et cyclées jusqu'à mi-durée de vie. Nous présenterons successivement les observations effectuées à mi-durée de vie, puis celles effectuées après rupture. La déformation plastique cyclique conduit à l'apparition d'un relief de surface caractéristique du mouvement intense des dislocations ; ce relief s'intensifie au cours du cyclage : dès les premiers cycles, des bandes de glissement apparaissent, localisées, qui se transforment progressivement en intrusions-extrusions. Ce relief de surface est caractéristique de la structure du matériau et du niveau de déformation appliqué ; il n'est bien sûr pas homogène ni uniformément réparti sur tous les grains du polycristal.

III.2.1 - Morphologie des bandes de glissement

Les bandes de glissement observées en surface ne présentent pas la même morphologie dans les deux phases. Néanmoins, dans l'austénite comme dans la ferrite, ces bandes de glissement sont en général orientées à 45° de l'axe du chargement.

a) Phase ferritique

Dans la phase ferritique, les bandes de glissement sont nombreuses et bien développées, et en particulier présentent un caractère ondulé (figure III.13). Ces bandes de glissement sont plus épaisses et plus intenses que celles observées dans la phase austénitique. La densité des bandes de glissement augmente avec l'augmentation du niveau de déformation, ce qui réduit leur espacement. Nous avons également constaté que les extrusions et éventuellement les intrusions, sont bien développées dans cette phase (figure III.14). Le caractère ondulé des bandes de glissement dans la ferrite est une conséquence du glissement dévié facile des dislocations dans cette phase.

b) Phase austénitique

Contrairement à la phase ferritique, les bandes de glissement dans la phase austénitique, lorsqu'elles existent, sont rectilignes (figure III.15). Ceci est une conséquence du glissement plan des dislocations, favorisé ici par la présence d'azote. Les bandes de glissement dans la phase austénitique sont plus fines et plus rapprochées qu'elles ne le sont dans la phase ferritique. En outre, les extrusions et intrusions sont beaucoup moins développées, voire inexistantes dans de nombreux grains austénitiques. Comme dans la phase ferritique, la densité des bandes de glissement augmente avec l'augmentation du niveau de déformation.

La morphologie et l'intensité des bandes de glissement et des intrusions-extrusions jouent un rôle primordial dans les mécanismes d'amorçage des microfissures.

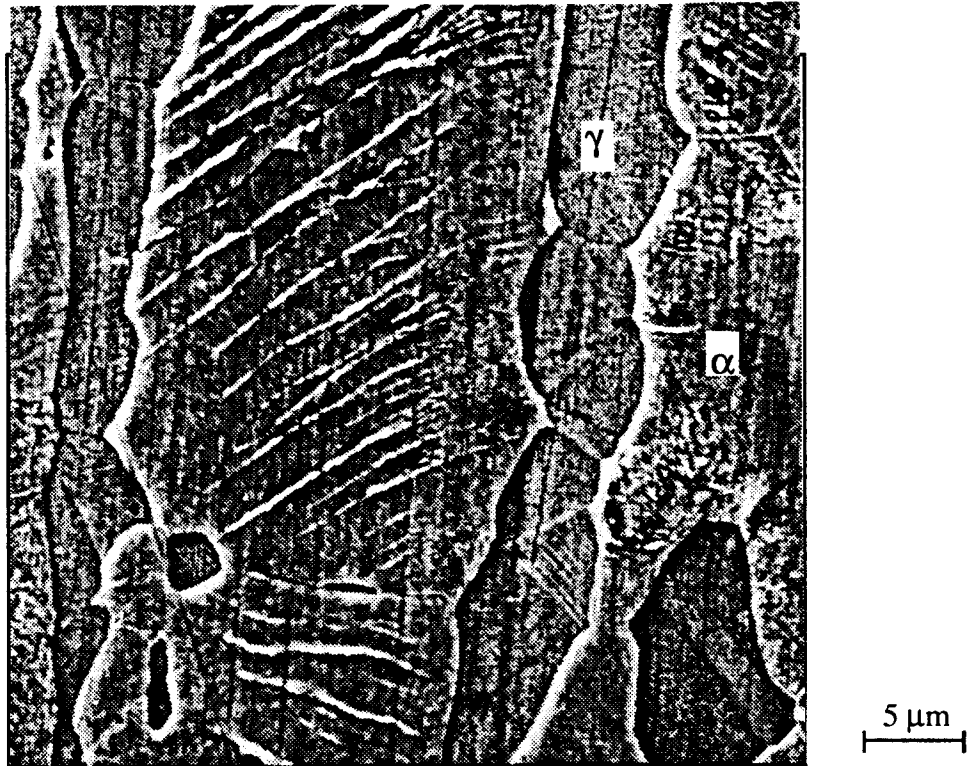


Figure III.13 : Morphologie des bandes de glissement dans la phase ferritique, acier AF18, $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$.

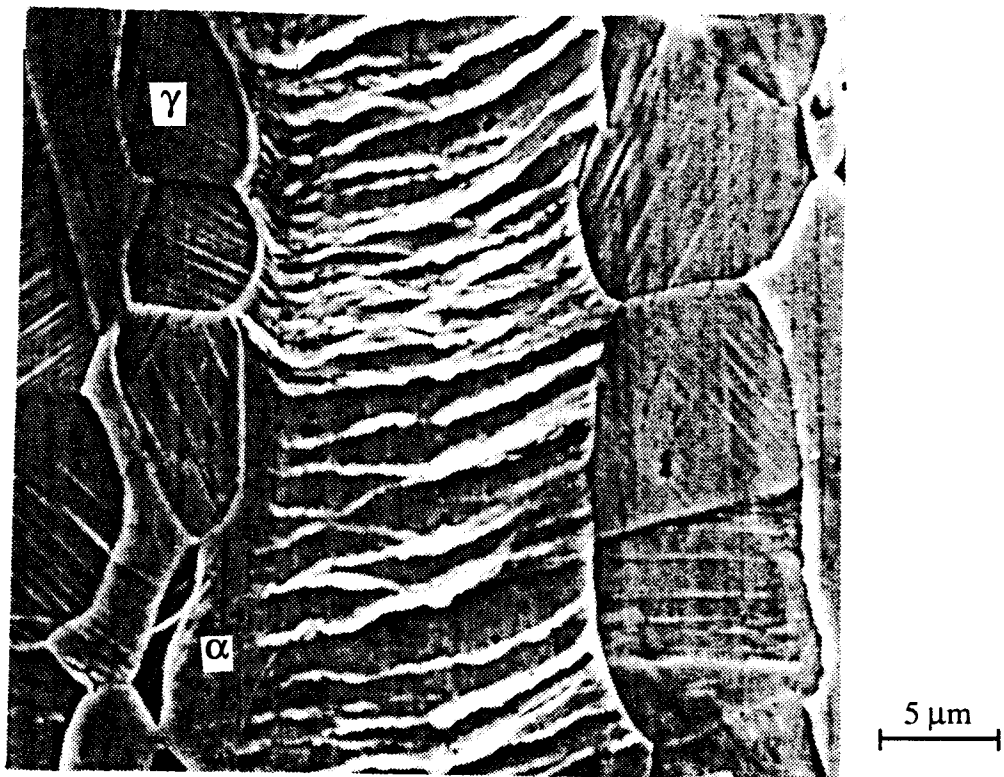


Figure III.14 : Intrusions-extrusions dans la phase ferritique, acier AF18, $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$.

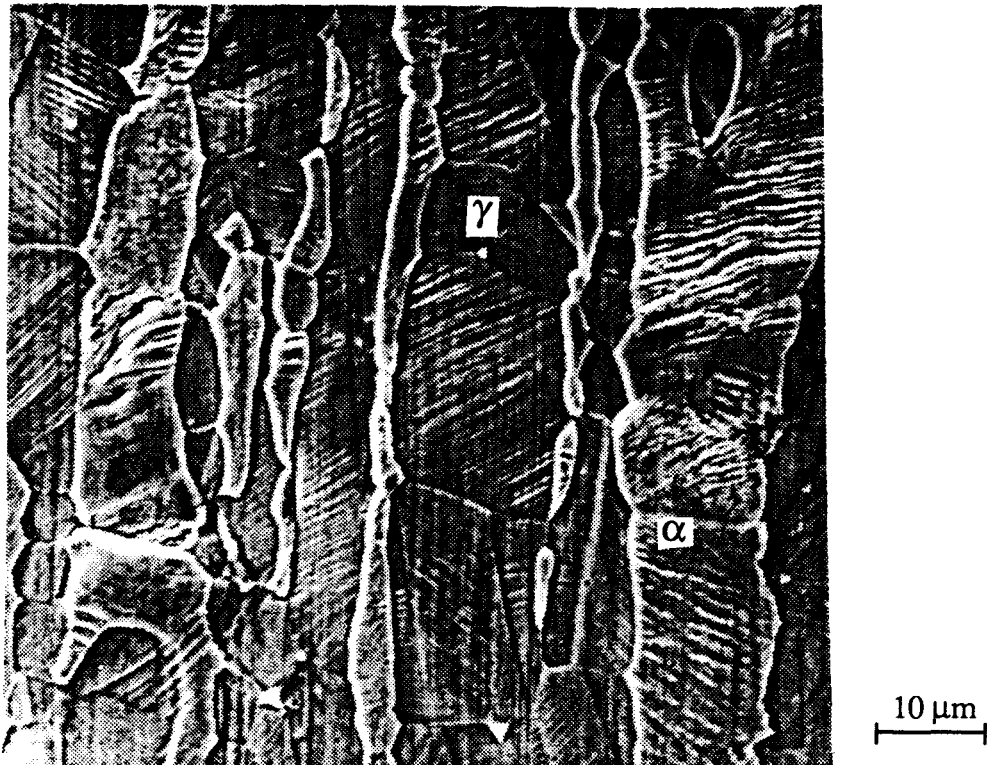


Figure III.15 : Morphologie des bandes de glissement dans la phase austénitique, acier AF18, $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$.

III.2.2 - Influence du niveau de déformation

Afin d'étudier l'influence du niveau de déformation sur l'endommagement en surface, trois niveaux de déformation ont été analysés. Dans un premier temps, nous avons choisi d'observer des éprouvettes cyclées à bas et à haut niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$ et $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$ respectivement) ; ces observations laissant prévoir l'existence d'une déformation de transition, un troisième niveau de déformation intermédiaire a été ensuite analysé.

III.2.2.1 - Endommagement à bas niveau de déformation

L'observation des éprouvettes cyclées à bas niveau de déformation ($\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$) nous permet de constater que l'endommagement n'est pas le même dans les deux phases austénitique et ferritique. Dans les deux aciers, les bandes de glissement apparaissent presque exclusivement dans la phase ferritique (figures III.16 et III.17). Néanmoins, quelques rares bandes de glissement apparaissent également dans la phase austénitique. Les bandes de glissement dans la phase ferritique sont beaucoup plus épaisses que celles dans la phase austénitique. Ceci signifie que la majorité de la déformation plastique a été

accommodée par la phase ferritique, ce qui confirme que les phases austénitiques des deux aciers étudiés sont plus dures que leurs phases ferritiques. De plus, la densité des bandes de glissement présentes dans la phase ferritique est plus importante dans l'acier AF18 que dans l'acier AF11 ; elle augmente donc avec la teneur en azote ; tandis que dans la phase austénitique, elle diminue avec l'augmentation de la teneur en azote. Par ailleurs, les zones déformées ne sont pas réparties de façon homogène sur tout le matériau.

Dans ces aciers, la forte teneur en azote de la phase austénitique fait que la phase ferritique est la moins dure et est en conséquence la première à se déformer plastiquement. Même au niveau de déformation $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$, la phase austénitique n'est encore qu'à peine impliquée dans le processus de déformation plastique.

Dans l'étude en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante d'un acier inoxydable austéno-ferritique moins chargé en azote (0,072 % pds N), Lardon (1986) avait observé, à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_p/2 < 0,4 \%$), un comportement différent. Il a constaté que les microfissures s'amorçaient dans la phase austénitique. Ceci s'explique par la faible teneur en azote de cet acier, dans lequel la phase ferritique est alors la plus dure. La déformation plastique à bas niveau de déformation y est alors essentiellement accommodée par l'austénite.



Figure III.16 : Bandes de glissement dans la phase ferritique de l'acier AF11, à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$).

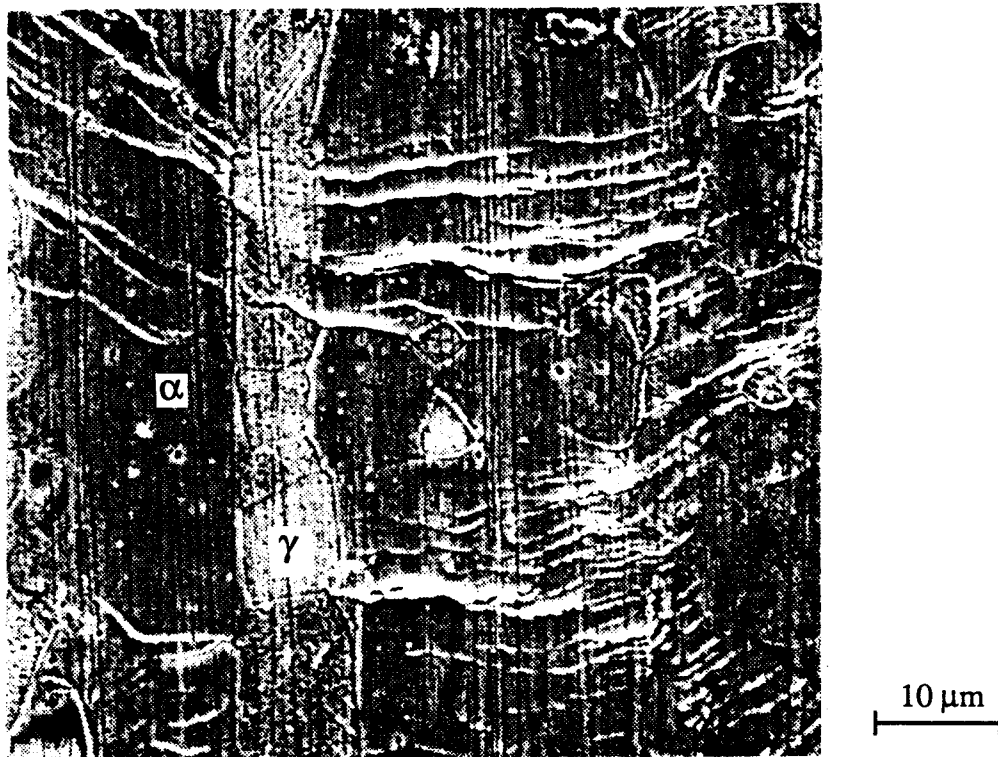


Figure III.17 : Bandes de glissement dans la phase ferritique de l'acier AF18, à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$).

III.2.2.2 - Endommagement à haut niveau de déformation

A haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$), les deux phases présentent de nombreuses bandes de glissement (figures III.18 et III.19). Bien sûr, dans les deux aciers, la densité des bandes de glissement dans chacune des phases est bien supérieure à celle observée à bas niveau de déformation. De même, dans les deux aciers, les bandes de glissement sont plus intenses dans la phase ferritique que dans la phase austénitique. Dans les deux phases et dans les deux aciers, les bandes de glissement sont ici moins espacées qu'elles ne l'étaient à bas niveau de déformation. Ainsi, les zones déformées à haut niveau de déformation, augmentent par rapport à celles déformées à bas niveau de déformation, et sont en conséquence beaucoup plus uniformément réparties à ce niveau qu'elles ne l'étaient à bas niveau de déformation.

A haut niveau de déformation, la déformation plastique ne peut être accommodée entièrement par la phase ferritique ; une partie de la déformation plastique est alors accommodée par la phase austénitique et par suite, les deux phases sont alors déformées plastiquement. La répartition des déformations plastiques entre les deux phases n'est pas aussi déséquilibrée qu'elle l'est à bas niveau de déformation.

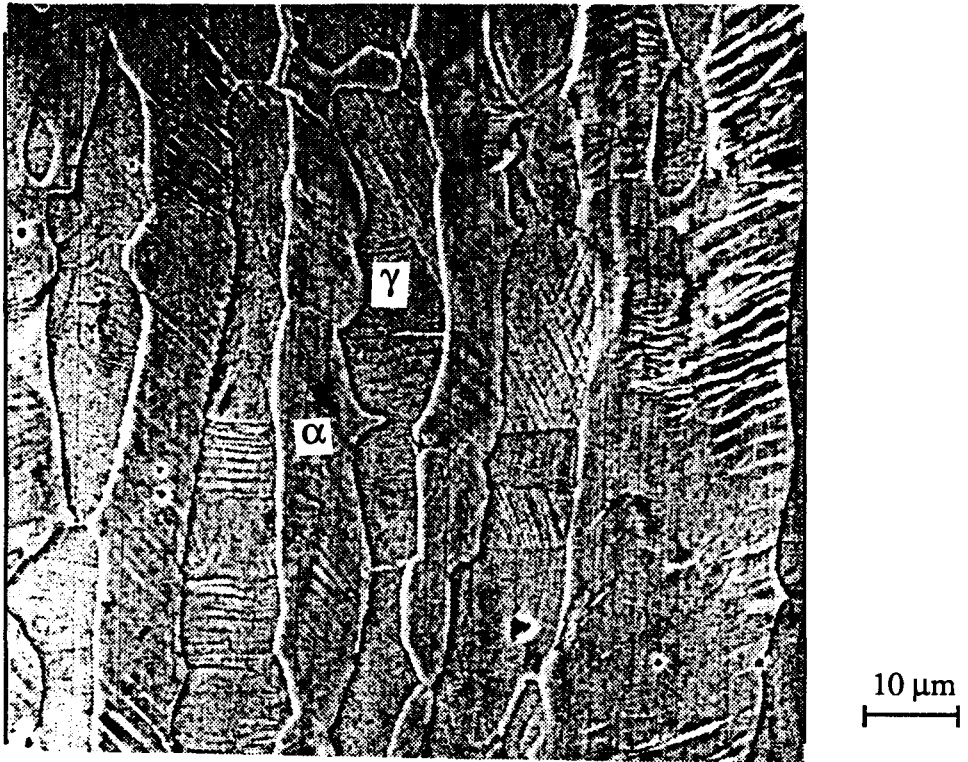


Figure III.18 : Bandes de glissement dans les phases ferritique et austénitique de l'acier AF11, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$).



Figure III.19 : Bandes de glissement dans les phases ferritique et austénitique de l'acier AF18, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$).

Ce comportement est là encore différent de celui observé par Lardon (1986) à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_p/2 > 0,4 \%$). Il observait en effet que les microfissures s'amorcent, à ce niveau de déformation, dans la phase ferritique. Il a expliqué ce comportement par la différence de modes de glissement des dislocations qui existe entre la ferrite et l'austénite. Si dans cet acier, à bas niveau de déformation, la déformation plastique est accommodée par l'austénite, à haut niveau de déformation, celle-ci est accommodée conjointement par les deux phases austénitique et ferritique. Le glissement plan des dislocations dans la phase austénitique entraîne une meilleure réversibilité de la déformation plastique entre traction et compression, qui conduit à un relativement faible relief de surface, comparé à celui observé dans la ferrite ; en revanche, le glissement dévié, favorisé dans la phase ferritique, conduit à une mauvaise réversibilité du glissement entre traction et compression, donc à un relief de surface conséquent. Il s'ensuit un amorçage préférentiel des fissures dans la phase ferritique.

Les deux comportements précédents, mis en évidence par des observations à bas niveau et à haut niveau de déformation, suggèrent qu'il doit exister une déformation de transition à partir de laquelle la déformation plastique de l'austénite est non négligeable. Nous avons alors effectué des observations à des niveaux de déformation intermédiaires, dans le but de définir la transition entre ces deux comportements.

III.2.2.3 - Endommagement au niveau moyen de déformation

Il s'agissait de déterminer approximativement le niveau de déformation auquel les bandes de glissement commencent à apparaître de façon significative dans la phase austénitique. De toute évidence, on a constaté que ce niveau de transition n'est pas le même dans les deux aciers. En effet, les observations effectuées sur les deux aciers, au niveau de déformation intermédiaire $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$, montrent qu'à ce niveau de déformation, dans l'acier AF11, les bandes de glissement apparaissent essentiellement dans la ferrite (figure III.20), mais apparaissent déjà de manière significative, bien que très modérée encore, dans l'austénite ; tandis que dans l'acier AF18, les bandes de glissement apparaissent encore presque exclusivement dans la ferrite (figure III.21). Ceci s'explique par le fait que la phase austénitique de l'acier AF18 est plus dure que celle de l'acier AF11, puisqu'elle contient beaucoup plus d'azote. La transition bas niveau \longrightarrow haut niveau de déformation pour l'acier AF11, se situe alors aux environs de $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$; en revanche elle se situe au delà de ce niveau en ce qui concerne l'acier AF18. Nous verrons, lors de l'observation des fissures secondaires, que le niveau de transition pour l'acier AF18 est situé aux environs de $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$. Néanmoins, il faut noter que la transition entre le comportement observé à bas niveau de déformation et celui observé à haut niveau de déformation ne peut être déterminée avec plus de précision ; elle ne peut être qu'approchée.

Les zones déformées sont mieux réparties dans le matériau à niveau intermédiaire qu'à bas niveau de déformation, mais moins bien qu'à haut niveau de déformation. De même, la densité des bandes de glissement est supérieure à celle observée à bas niveau de déformation et inférieure à celle observée à haut niveau de déformation, et les bandes de glissement γ sont, respectivement, moins espacées et plus espacées.

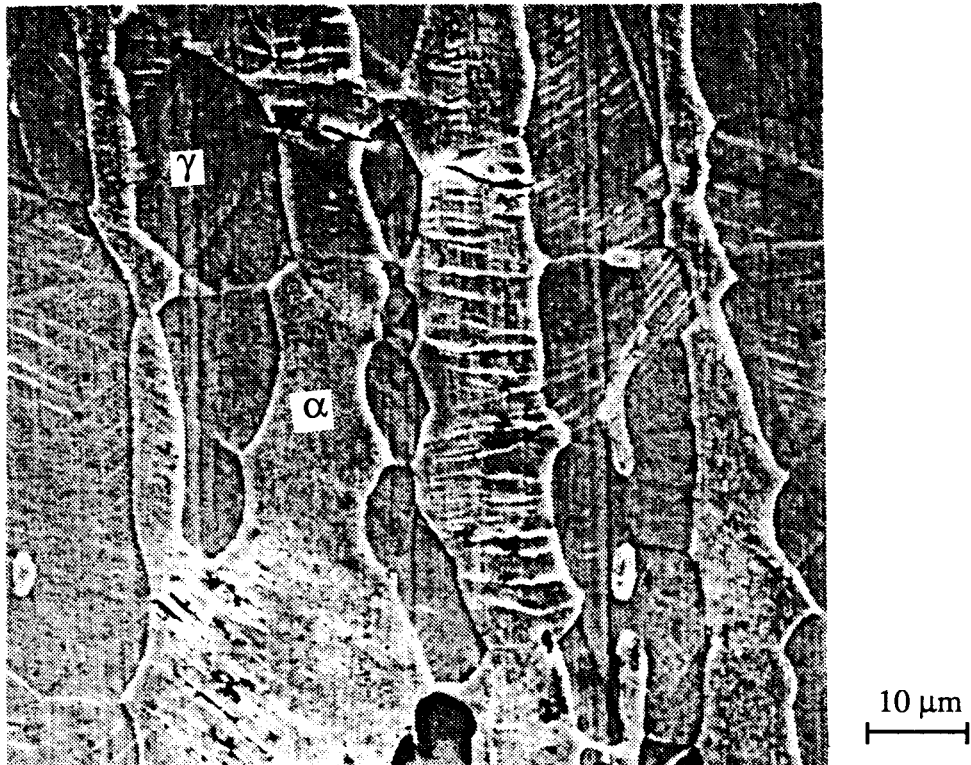


Figure III.20 : Bandes de glissement, surtout dans la phase ferritique de l'acier AF11 à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$.

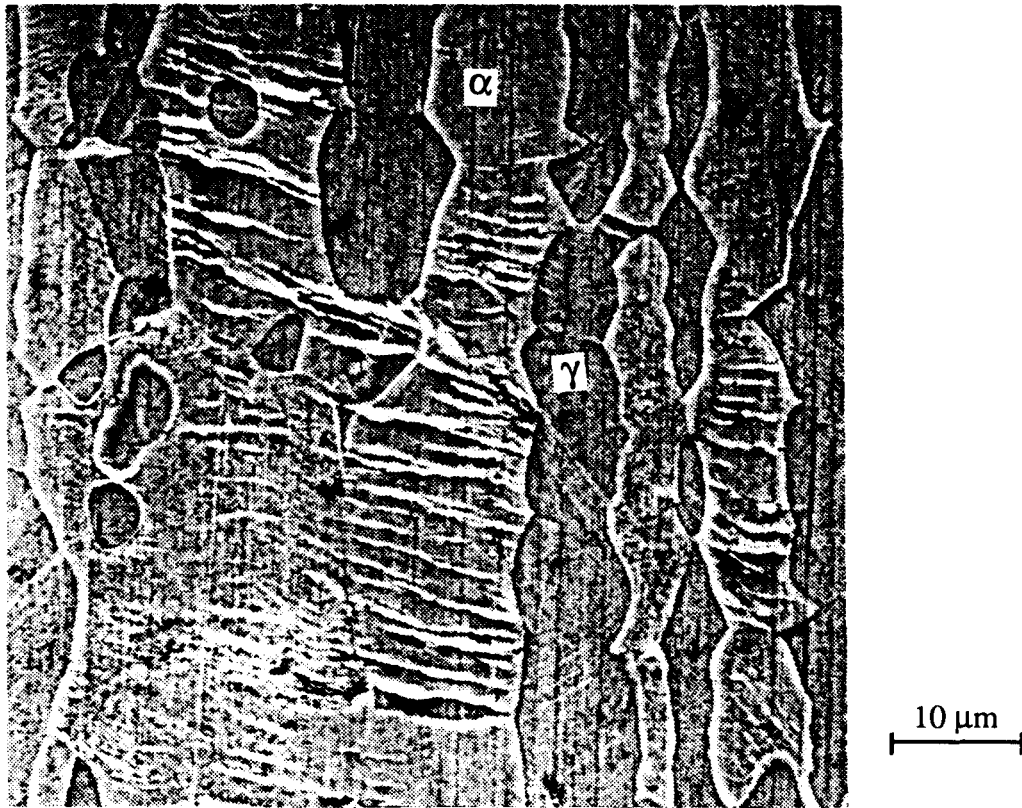


Figure III.21 : Bandes de glissement, presque exclusivement dans la phase ferritique de l'acier AF18 à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$.

Synthèse

Les comportements observés à différents niveaux de déformation nous permettent d'interpréter les courbes de résistance à la fatigue des deux aciers étudiés. En effet, à bas niveau de déformation, la déformation plastique est localisée en grande partie dans la phase ferritique. Cette concentration de la déformation plastique dans la ferrite est d'autant plus forte que la teneur en azote est élevée. Par conséquent, les microfissures apparaissent plus tôt dans la phase ferritique de l'acier AF18 que dans celle de l'acier AF11. Ceci se traduit par une amélioration de la durée de vie de l'acier AF11 par rapport à celle de l'acier AF18. En revanche, à haut niveau de déformation, la déformation plastique est répartie entre les deux phases ; étant donné que le glissement plan des dislocations dans la phase austénitique augmente avec la teneur en azote, il en résulte une meilleure réversibilité de la déformation plastique dans la phase austénitique de l'acier AF18 que dans celle de l'acier AF11. Ceci se traduit, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t > 1,4 \%$), par une plus longue phase de stabilisation de la contrainte dans l'acier AF18 que dans l'acier AF11, et conduit donc à une meilleure durée de vie de l'acier AF18, comparée à celle de l'acier AF11.

III.2.3 - Sites d'amorçage des microfissures

Les différences de caractéristiques des bandes de glissement et des intrusions-extrusions d'une phase à l'autre, conduisent à des mécanismes et sites d'amorçage différents dans les deux phases.

III.2.3.1 - Phase ferritique

Dans les phases ferritiques des aciers étudiés et à tout niveau de déformation, On a constaté que les bandes de glissement, sous forme d'extrusions ou d'intrusions-extrusions, constituent les sites privilégiés pour l'amorçage des microfissures (figure III.22). Cela signifie un mode d'amorçage transgranulaire. Néanmoins, on a observé également des microfissures intergranulaires qui s'amorcent dans les joints de grains ferritiques (figure III.23), mais beaucoup moins fréquemment que dans les intrusions-extrusions. Il faut noter que les joints de grains ferritiques correspondent en général, aux étranglements de la phase ferritique. Par ailleurs les traces en surface des microfissures est souvent orientée à 45° de l'axe du chargement, en particulier lorsque les microfissures s'amorcent dans les bandes de glissement.

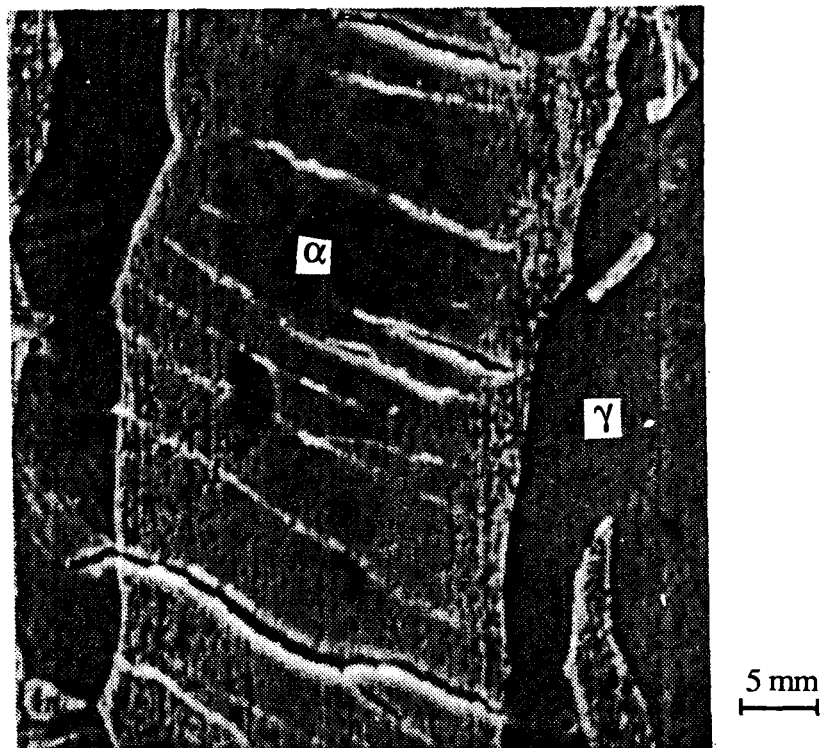


Figure III.22 : Amorçage transgranulaire des microfissures dans les bandes de

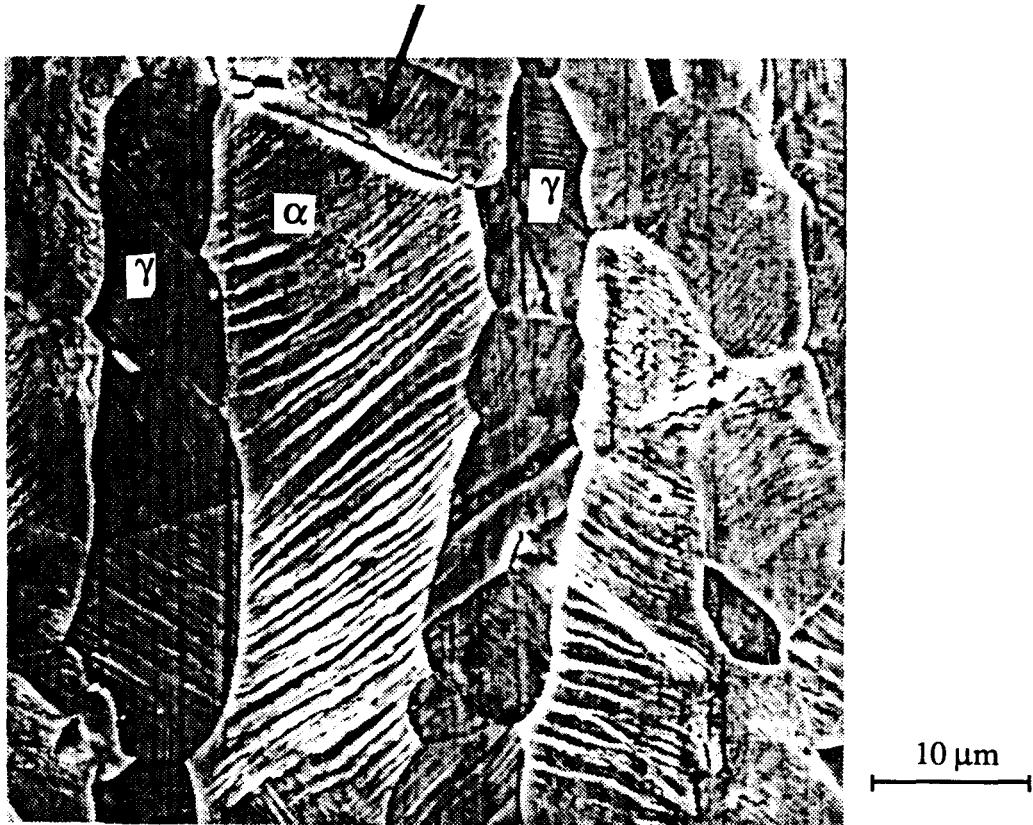


Figure III.23 : Amorçage intergranulaire des microfissures dans la phase ferritique, acier AF18, $\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$.

III.2.3.2 - Phase austénitique

Le mode d'amorçage des microfissures dans la phase austénitique diffère de celui observé dans la phase ferritique. Les microfissures s'amorcent en général d'une façon intergranulaire, souvent dans les joints de grains correspondant aux étranglements des îlots d'austénite (figure III.24). Les traces en surface des microfissures sont en général perpendiculaires à l'axe du chargement.



Figure III.24 : Amorçage intergranulaire des microfissures dans la phase austénitique, acier AF18, $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$.

III.2.3.3 - Autres sites d'amorçage

Outre les amorçages transgranulaire ou intergranulaire décrits précédemment, on rencontre parfois mais rarement des microfissures amorçées sur des inclusions, comme le montre la figure III.25.

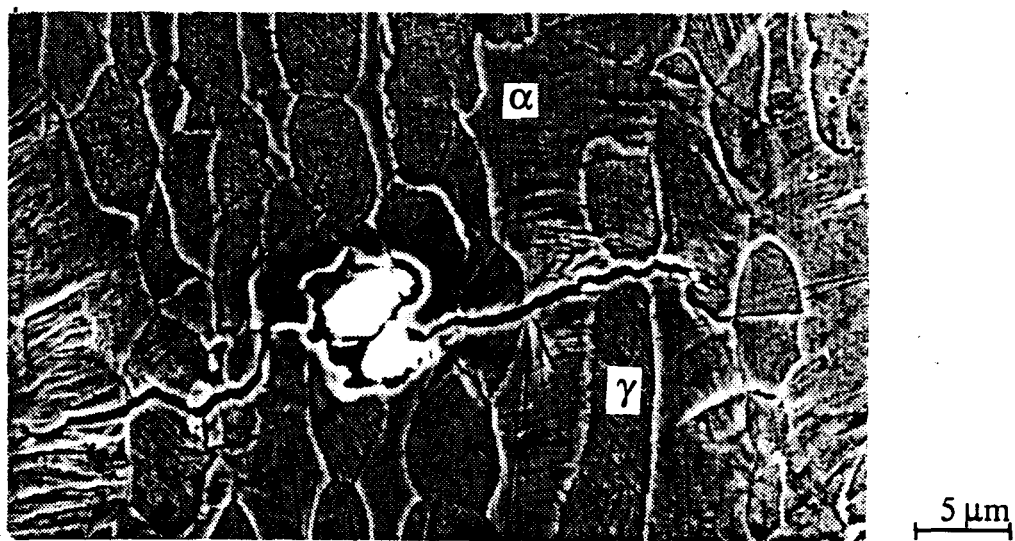


Figure III.25 : Amorçage d'une microfissure sur une inclusion, acier AF11, $\Delta\epsilon_t = 2,5 \%$.

Par ailleurs, durant toutes les observations que nous avons faites, nous n'avons quasiment pas observé de fissures amorcées aux joints de phases. Ceci veut dire que les joints de phases ne constituent pas des sites privilégiés pour l'amorçage des fissures en fatigue oligocyclique. Pourtant, de forts gradients de déformation peuvent exister dans ces endroits. Il en ressort que les joints de phases contribuent fortement à la résistance de la structure duplex.

III.2.4 - Observations des fissures secondaires

Comme pour les observations effectuées à mi-durée de vie, l'observation des fûts d'éprouvettes cyclées jusqu'à rupture confirme que les fissures secondaires n'apparaissent pas aussi fréquemment dans les deux phases. La fréquence relative dépend du niveau de déformation appliqué et de l'acier considéré (donc de la teneur en azote).

On a constaté dans les deux aciers, qu'à bas niveau de déformation, les fissures secondaires apparaissent dans la phase ferritique (figures III.26 et III.27), tandis qu'à haut niveau de déformation, elles apparaissent indifféremment dans les deux phases austénitique et ferritique (figures III.28 et III.29).

De même, des observations effectuées à des niveaux de déformation intermédiaires ($\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$ pour AF11 et $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$ pour AF18) montrent des comportements analogues pour les deux aciers (figures I.30 et I.31), c'est à dire que les fissures apparaissent essentiellement dans la phase ferritique. Ceci nous permet d'estimer le niveau de déformation de transition entre le comportement observé à bas niveau et celui observé à haut niveau de déformation, à savoir $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$ pour l'acier AF11 et $\Delta\varepsilon_t = 2 \%$ pour l'acier AF18.

On remarque là aussi que les joints de phases ne jouent aucun rôle dans l'amorçage des fissures.

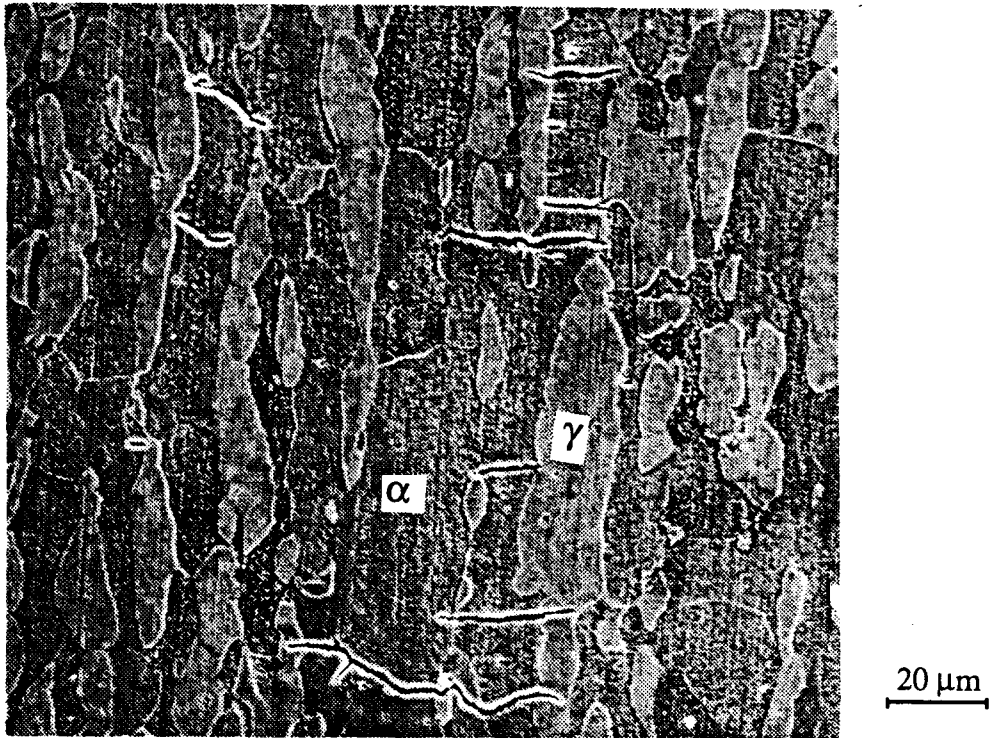


Figure III.26 : Amorçage des fissures dans la phase ferritique de l'acier AF11, à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$).

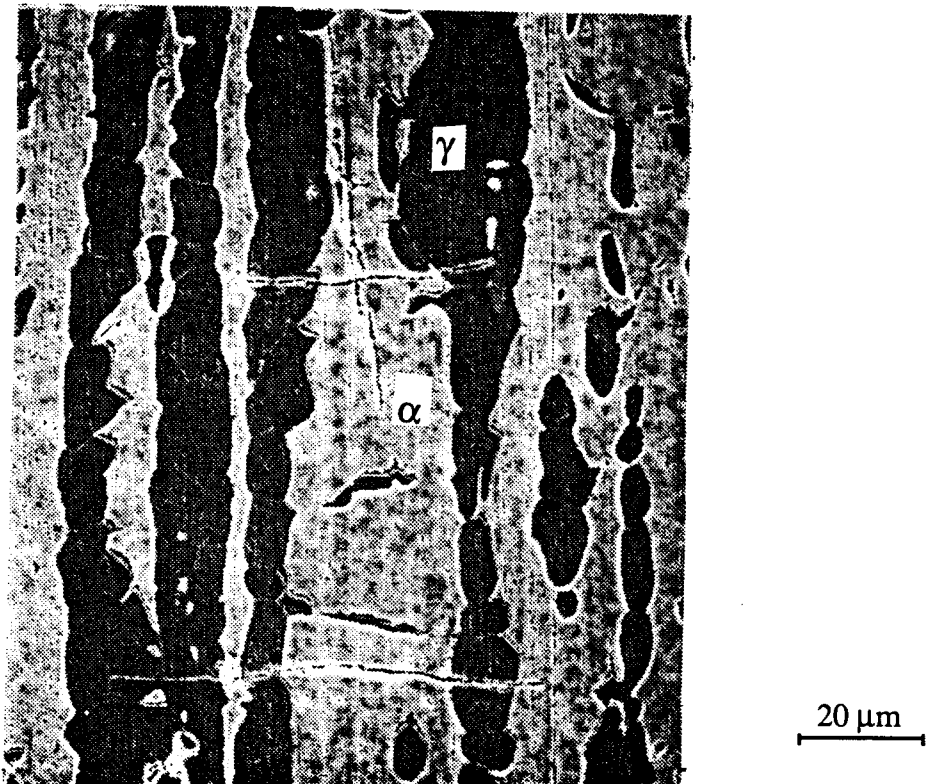


Figure III.27 : Amorçage des fissures dans la phase ferritique de l'acier AF18, à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$).

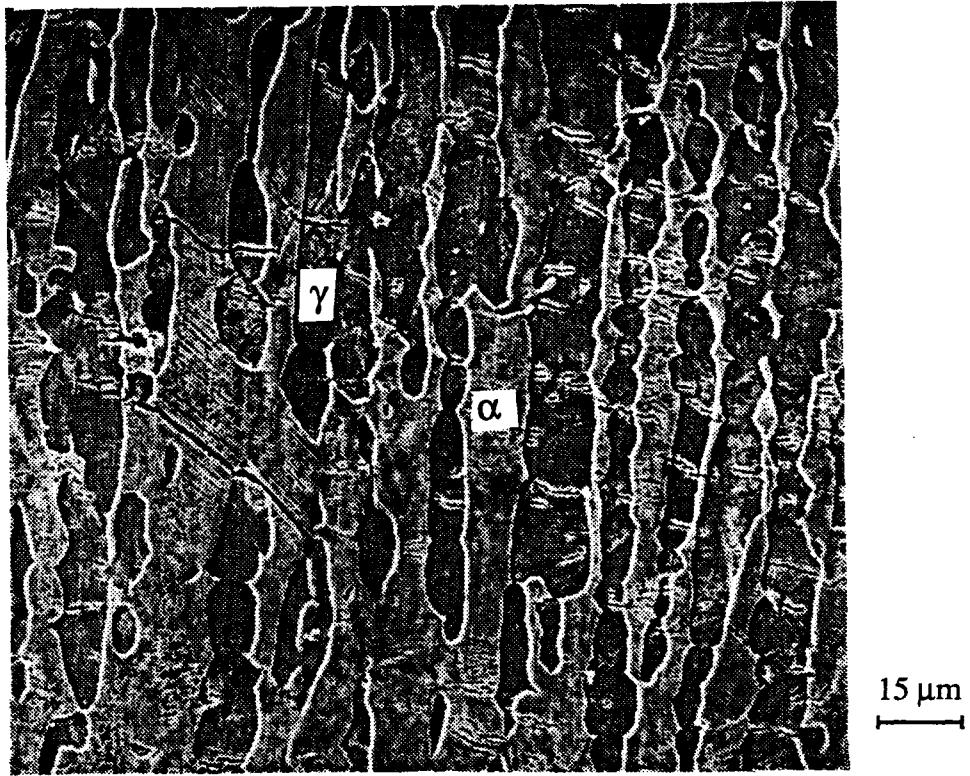


Figure III.28 : Amorçage des fissures dans les phases austénitique et ferritique de l'acier AF11, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$).

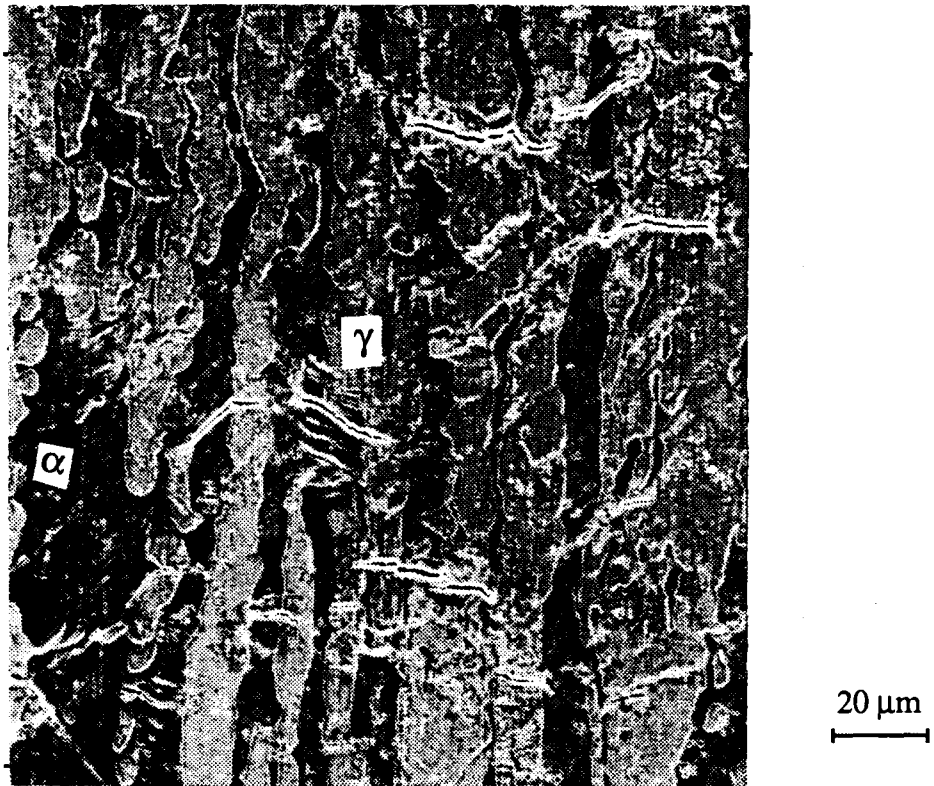


Figure III.29 : Amorçage des fissures dans les phase austénitique et ferritique de l'acier AF18, à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 2,5 \%$).

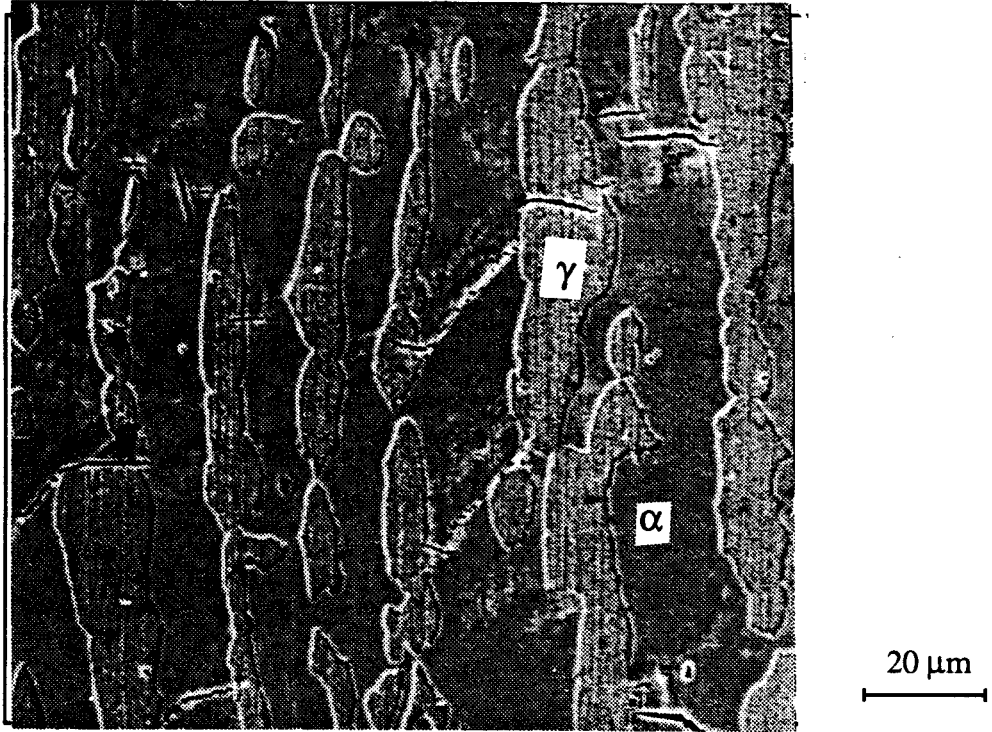


Figure III.30 : Amorçage des fissures, essentiellement dans la phase ferritique de l'acier AF11, à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$.

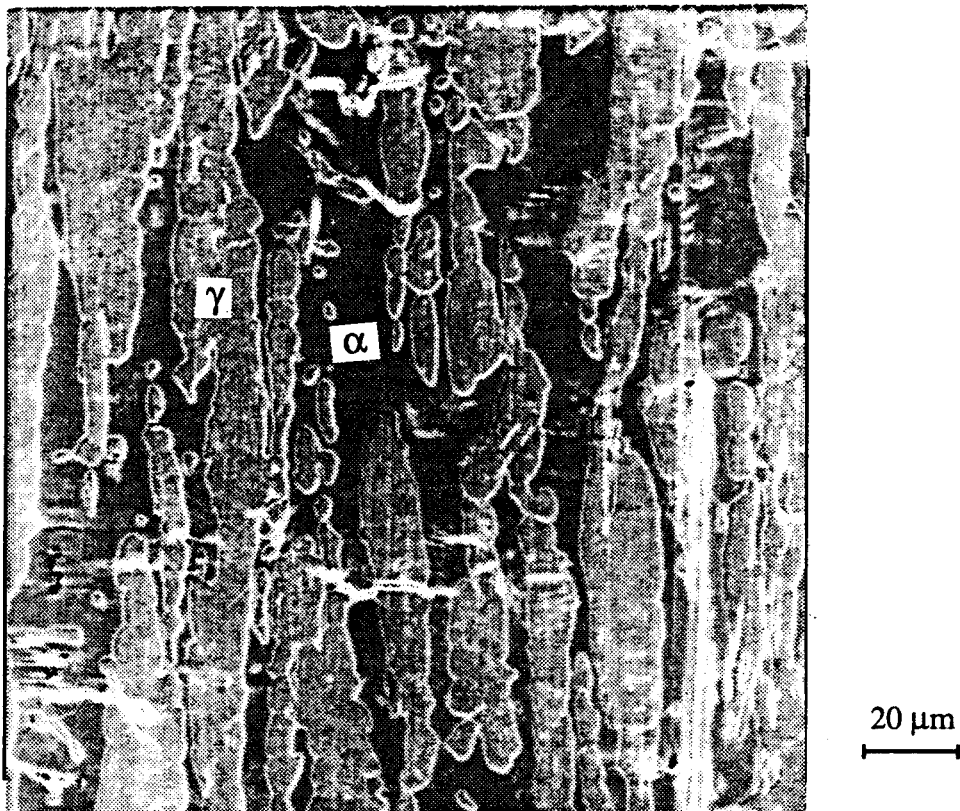


Figure III.31 : Amorçage des fissures, essentiellement dans la phase ferritique de l'acier AF18, à $\Delta\varepsilon_t = 2\%$.

III.2.5 - Interprétation

Les endommagements de surface observés aux différents niveaux de déformation et différentes teneurs en azote peuvent être récapitulés par le schéma explicatif représenté à la figure III.32.

Les aciers duplex étudiés sont assimilés à des matériaux composites constitués de deux phases, l'une moins dure, ici la ferrite, l'autre plus dure, ici l'austénite. Il est bien connu que dans les matériaux composites, c'est la phase la moins dure qui impose la limite d'élasticité. La différence de résistance mécanique entre les deux phases, entraîne une distribution non uniforme de la déformation plastique. En effet, la phase ferritique est la première à se déformer plastiquement. Par conséquent, on peut décomposer la courbe de traction monotone en trois parties distinctes : dans la première partie, les deux phases se déforment élastiquement ; dans la seconde partie, la phase ferritique se déforme plastiquement tandis que la phase austénitique continue à se déformer élastiquement et dans la troisième partie, les deux phases se déforment plastiquement.

Dans un essai de fatigue oligocyclique mené à déformation totale imposée, ϵ_{ta} , la déformation plastique du composite ϵ_{paAF} est répartie entre les deux phases comme suit : ϵ_{paF} dans la phase ferritique et ϵ_{paA} dans la phase austénitique. Cette distribution de la déformation plastique dépend d'une part du niveau de déformation appliqué, et d'autre part de la teneur en azote, en particulier à bas niveau de déformation, le rapport de la déformation plastique accommodée par la phase austénitique à celle accommodée par la phase ferritique $\frac{\epsilon_{paF}}{\epsilon_{paA}}$, augmente lorsque la teneur en azote et le niveau de déformation augmentent. C'est exactement ce qui est observé en surface, à savoir qu'à bas niveau de déformation le nombre et l'intensité des bandes de glissement dans la phase ferritique sont très supérieures à ceux dans la phase austénitique, mais cet écart se réduit de plus en plus lorsqu'on augmente le niveau de déformation. Néanmoins, il est impossible d'évaluer la déformation plastique dans chacune des phases.

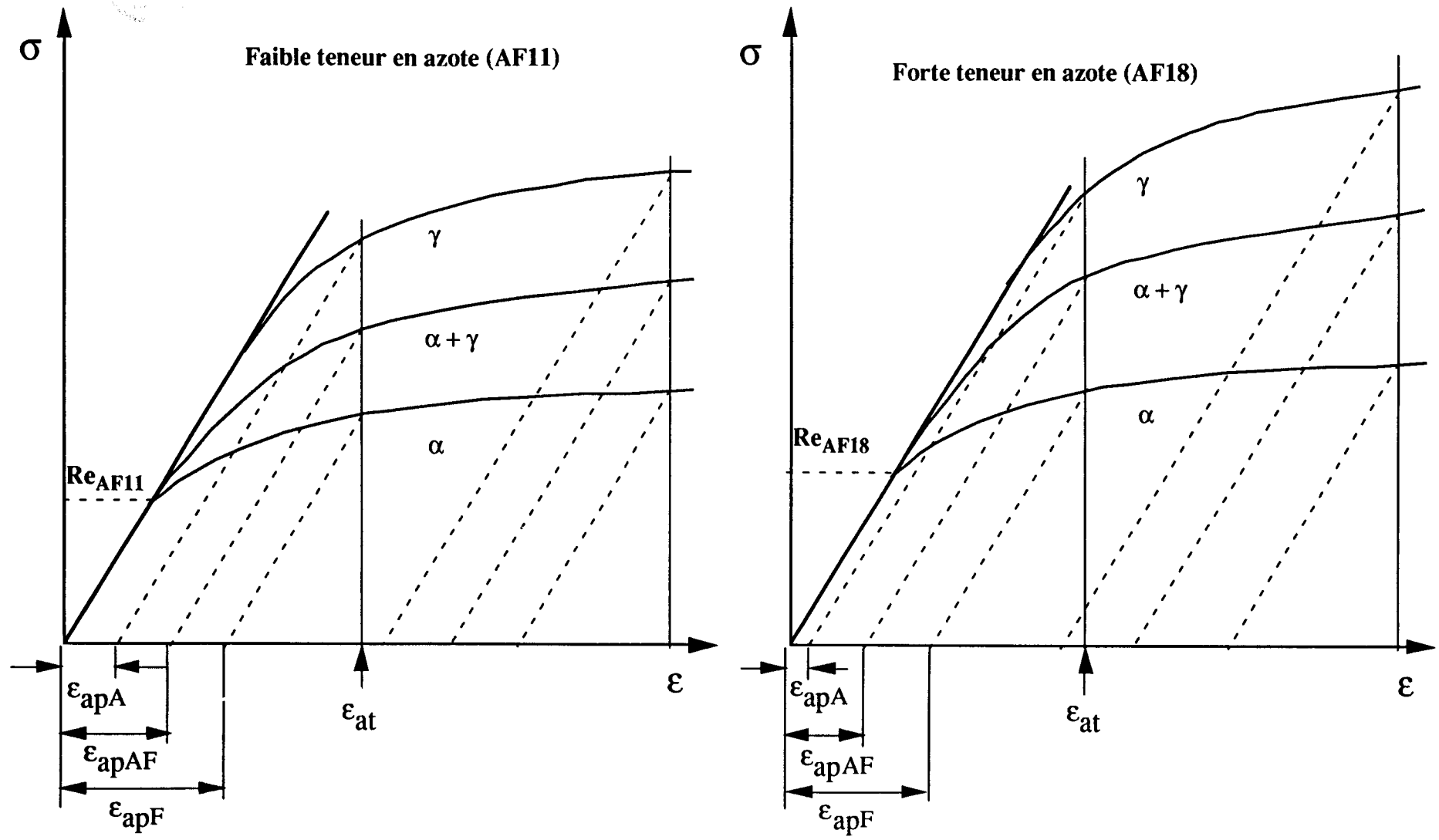


Figure III.32 : Schéma explicatif des différents comportements, en fonction du niveau de déformation et de la teneur en azote.

III.3 - Analyse des microstructures de déformation

Dans le but d'établir une corrélation entre l'endommagement superficiel et la microstructure des dislocations développée au cours du cyclage d'une part, de mieux comprendre le comportement en plasticité cyclique à température ambiante des aciers inoxydables austéno-ferritiques d'autre part, nous avons analysé, dans chaque phase, les configurations de dislocations développées au cours du cyclage. Des observations de lames minces ont été réalisées au microscope électronique en transmission, sous une tension de 120 kV. Ces lames minces étaient prélevées dans deux directions différentes : l'une parallèle à l'axe du chargement et l'autre orientée à 45° par rapport à l'axe du chargement. Les phases austénitiques et ferritiques ainsi que leurs orientations par rapport à l'axe du chargement ont été identifiées par la méthode de diffraction et l'analyse des lignes de Kikuchi

La majorité des grains sont orientés dans la direction cristallographique $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ ou $\langle 0\ 1\ 1 \rangle$, très voisine de celle de l'axe du chargement, et par conséquent, la majorité des grains étudiés sont favorablement orientés pour le glissement double ou multiple.

La distribution non homogène de la déformation plastique entre les phases et dans chacune des phases, observée par la localisation des bandes de glissement en surface, traduit la structure interne des dislocations. En général, la structure des dislocations dans les métaux sous sollicitations cycliques, dépend de l'amplitude de la déformation plastique cyclique appliquée. La structure des dislocations dans les deux phases, ferritique et austénitique, a été examinée pendant la phase de stabilisation pour les deux aciers et pour 2 niveaux de déformation : i) à faible niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8\%$), correspondant à une amplitude de déformation plastique stabilisée $\varepsilon_{pas} \approx 0,13 - 0,15\%$ et ii) à un niveau intermédiaire de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 1,4\%$), correspondant à une amplitude de déformation plastique stabilisée $\varepsilon_{pas} \approx 0,42 - 0,45\%$. En effet, à ces niveaux de déformation, la localisation de la déformation plastique est encore importante.

III.3.1 - Structures de dislocations dans la phase ferritique

L'analyse de la microstructure interne des dislocations dans la phase ferritique révèle deux types de structures de dislocations : une structure "matrice" et une structure "en parois". Ces deux structures sont présentées sur les micrographies des figures III.33 et III.34, dans lesquelles la partie supérieure représente la structure "matrice" et la partie inférieure la structure "en parois".



Figure III.33 : Structure "matrice" de dislocations (partie supérieure) et structure "parois" (partie inférieure), dans la phase ferritique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4\%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,45\%$), $\vec{g} = \langle 2\ 0\ 0 \rangle$.

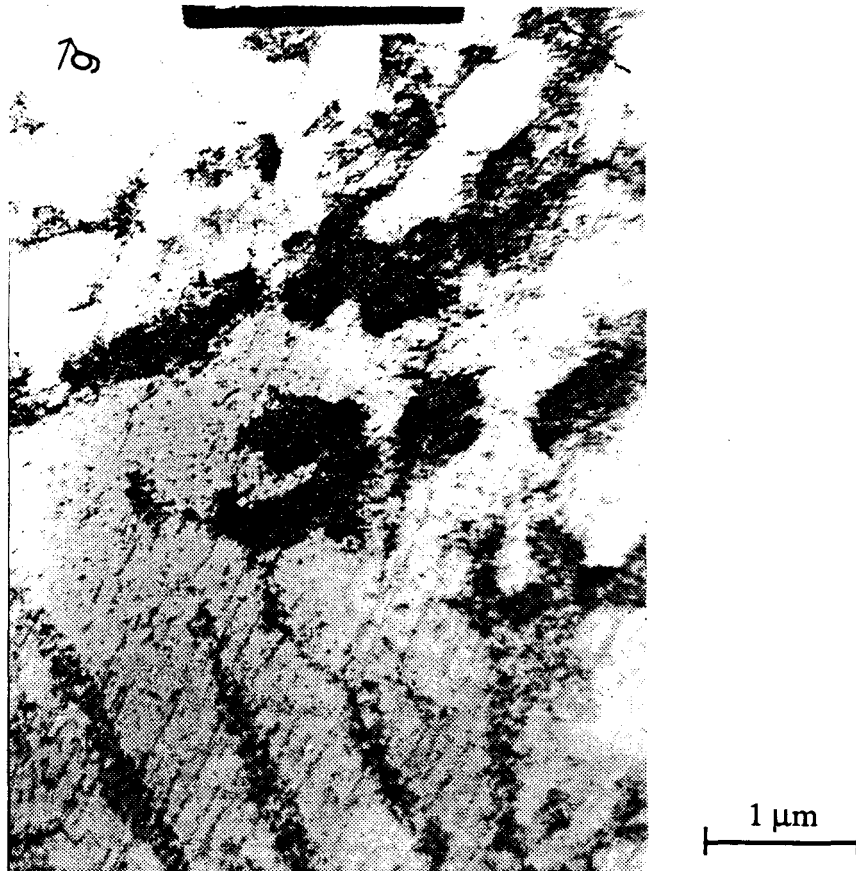


Figure III.34 : Structure "matrice" de dislocations (partie supérieure) et structure "parois" (partie inférieure), dans la phase ferritique de l'acier AF18, après cyclage jusqu'à 2000 cycles ($N_R \approx 4000$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4\%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,43\%$), axe du grain $[0\ 2\ 3]$, plan de la lame $(\bar{2}\ \bar{1}\ 7)$, $\vec{g} = [\bar{1}\ 1\ 0]$.

La structure "matrice", dure, est constituée de veines riches en dislocations, séparées par des canaux pauvres en dislocations. Les veines sont constituées de débris, de dipôles et de multipôles de dislocations ; les canaux sont constitués de boucles de dislocations ou de dislocations individuelles. Les fractions volumiques des canaux et des veines dans la structure "matrice" sont très voisines, avec néanmoins une fraction volumique des canaux légèrement supérieure.

La structure "en parois", qui accommode la déformation plastique, est complètement différente de celle de la "matrice" ; elle est constituée de murs peu épais et à forte densité de dislocations, séparés par des canaux plus épais mais à faible densité de dislocations. En général les dislocations présentes dans les murs sont des dislocations coins, et celles présentes dans les canaux sont des dislocations vis. La structure "en parois" est montrée figure III.35 pour l'acier AF11 et III.36 pour l'acier AF18. De façon général, le volume occupé par les murs n'y représente que le dixième du volume occupé par les canaux. Les murs sont perpendiculaires à la direction de glissement. Les dislocations dans les canaux sont parallèles à une ou à deux directions cristallographiques. La figure III.35 montre une structure en canaux à deux systèmes de glissement, faisant entre eux un angle d'environ 60° .

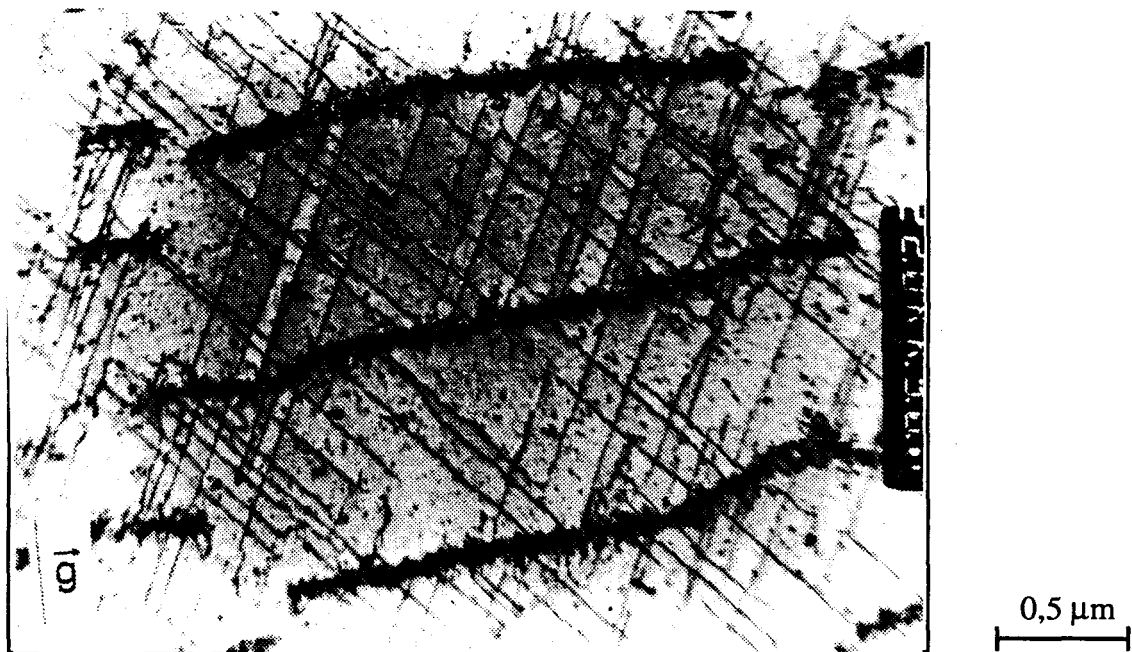


Figure III.35 : Structure "en parois" dans la phase ferritique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\varepsilon_t = 1,4\%$, ($\varepsilon_{aps} \approx 0,45\%$) ; axe du grain $[\bar{1} 1 8]$, plan de la lame $(\bar{3} \bar{2} 0)$, $\vec{g} = [\bar{1} 1 0]$.



Figure III.36 : Structure "en parois" dans la phase ferritique de l'acier AF18, après cyclage jusqu'à 2000 cycles ($N_R \approx 4000$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4 \%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,43 \%$) ; axe du grain $[0\ 2\ 3]$, plan de la lame $(\bar{2}\ \bar{1}\ 7)$, $\vec{g} = [\bar{1}\ 1\ 0]$.

Dans certaines zones, dans l'acier AF18, on a pu observer également des structures "en parois" entre lesquelles les dislocations ne suivent pas une direction cristallographique particulière (figure III.37).

On a observé également dans les canaux, dans les deux aciers, de nombreux points noirs qui, à un plus fort grossissement, ont été identifiés comme des petites boucles de dislocations (figure III. 38).

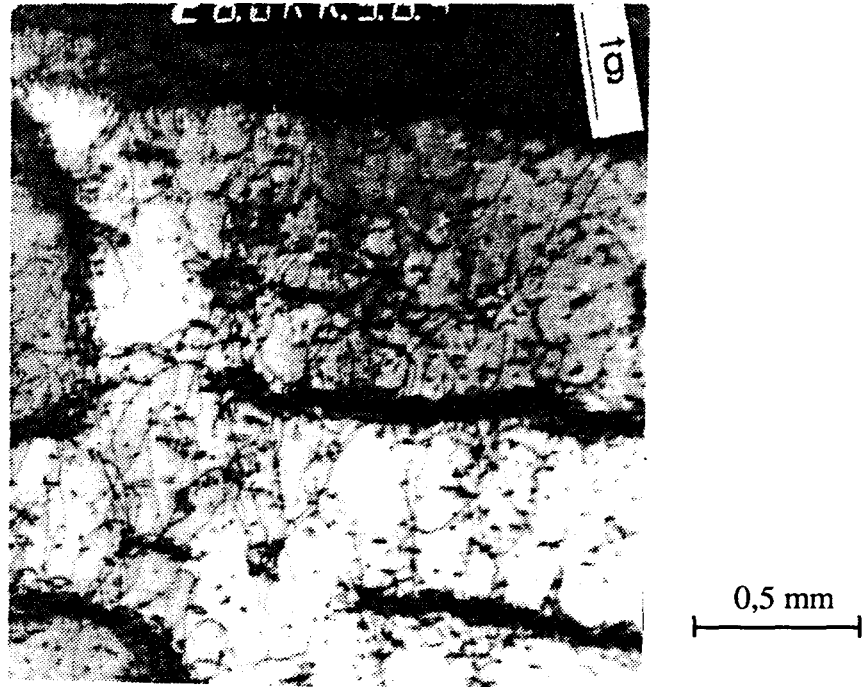


Figure III.37 : Structure "en parois" dans la phase ferritique de l'acier AF18, après cyclage jusqu'à 2000 cycles ($N_R \approx 4000$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4 \%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,43 \%$)
axe du grain $[\bar{2} \ 3 \ 9]$, plan de la lame $(\bar{2} \ 1 \ 1)$, $\vec{g} = [1 \ 1 \ 0]$.

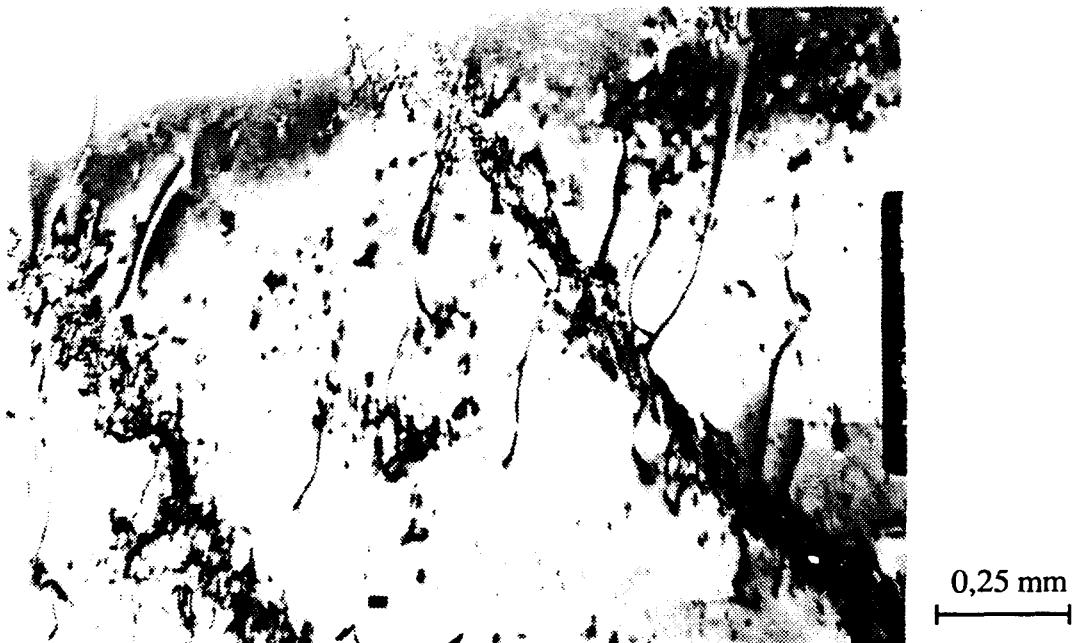


Figure III.38 : Identification des points noirs dans les canaux de la phase ferritique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4 \%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,45 \%$).

Le même type de structure "en parois" a été observé par Magnin et al. (1988 (a)) sur un acier inoxydable ferritique type Fe-26Cr-1Mo-5Ni sous sollicitations cycliques (figure III.39).

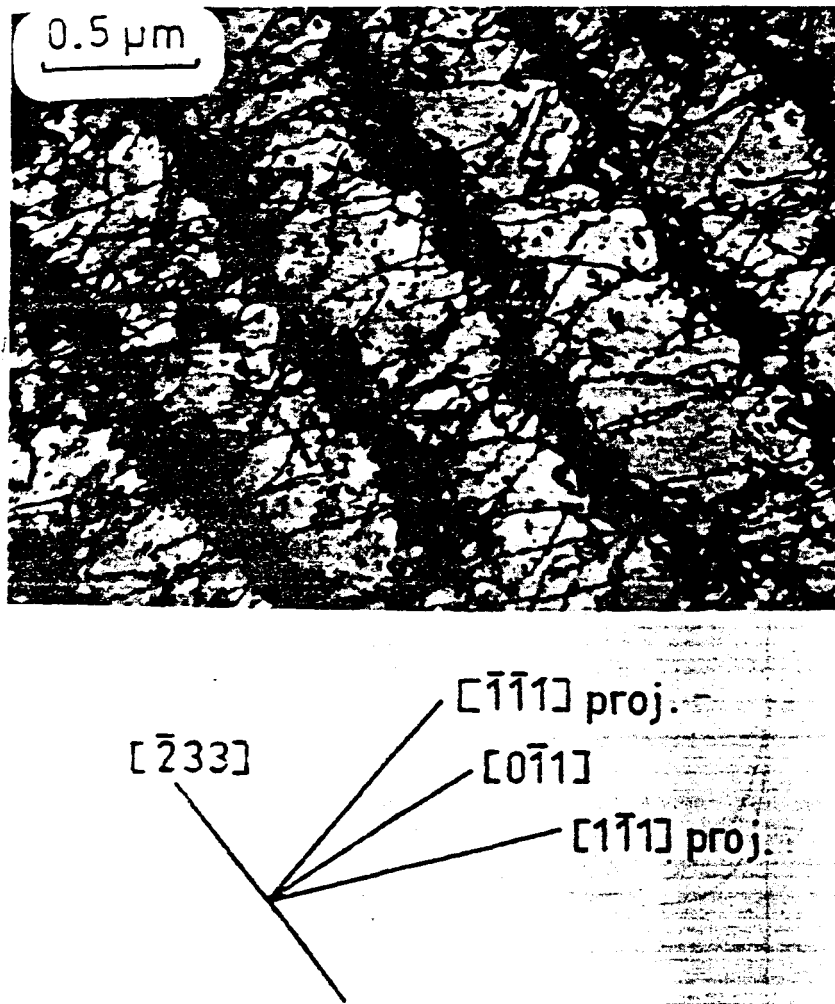


Figure III.39 : Structure des dislocations, dans un alliage ferritique Fe-26Cr-1Mo-5Ni, ($\Delta\epsilon_p/2 = 0,4 \%$, $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-3}$, 50 cycles), d'après [Magnin et al., 1988].



Dans les grains ferritiques, une structure dite "labyrinthe" (figure III.40), composée de parois orthogonales a également été observée. Les amas denses de dislocations visibles au centre de cette micrographie constituent probablement la troisième famille de parois du réseau labyrinthe tridimensionnel.

L'existence massive de bandes de glissement persistantes (BGP) dans la phase ferritique traduit une forte localisation de la déformation plastique dans cette phase.

Ces configurations de sous-structures de dislocations, observées à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$, ont également été observées à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$). Ceci signifie que la structure des dislocations dans la phase ferritique est qualitativement la même, quelque soit le niveau de déformation appliqué. Néanmoins, il faut s'attendre bien sûr à ce que le volume occupé par la structure "en parois" augmente avec l'augmentation du niveau de déformation.



Figure III.40 : Structure "labyrinthe" dans la phase ferritique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$, ($\varepsilon_{aps} \approx 0,45 \%$),
 $\vec{g} = \langle 1\ 1\ 0 \rangle$.

III.3.2 - Structures de dislocations dans la phase austénitique

Contrairement à ce qui a été observé dans la phase ferritique, la structure des dislocations dans la phase austénitique dépend fortement du niveau de déformation appliqué. Ceci conforte ce qui a été observé en surface. En effet, les figures III.41 et III.42 montrent, respectivement, les structures de dislocations observées à bas niveau ($\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$) et à un niveau intermédiaire de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$).

A bas niveau de déformation, on constate un arrangement planaire des dislocations (figure III.41), comme dans le cas des aciers austénitiques 316L cyclés dans le domaine des bas niveaux de déformation [Gerland et al., 1989 ; Obrtlík et al., 1994], ou alliés à l'azote 316LN [Degallaix, 1986 ; Vogt et al., 1993]. Une structure à deux systèmes de glissement est présentée sur la figure III.41 (b). Ainsi, la configuration planaire de la structure des dislocations, observée présentement, est favorisée par la présence d'azote, qui, rappelons-le, est fortement concentré dans la phase austénitique.

La figure III.42 représente la structure des dislocations obtenue dans la phase austénitique après cyclage à $\Delta\varepsilon_t = 1,4 \%$. Cette structure est une structure intermédiaire entre une structure en parois et une structure cellulaire. Les cellules observées sont irrégulières et non complètement fermées, et les murs ne sont pas droits. Dans la partie supérieure de la figure III.42 (a), l'arrangement planaire des dislocations est encore apparent ; dans la partie inférieure, la structure cellulaire apparaît au voisinage d'un joint de grain, ce qui indique l'existence d'un autre système de glissement, conséquence d'une forte déformation locale, comme le montre aussi la figure III.42 (b). Sur cette dernière figure, la structure cellulaire occupe l'ensemble du grain ; cependant, les parois cellulaires au voisinage des joints de grains sont parallèles et ressemblent à une structure en échelle (BGP).

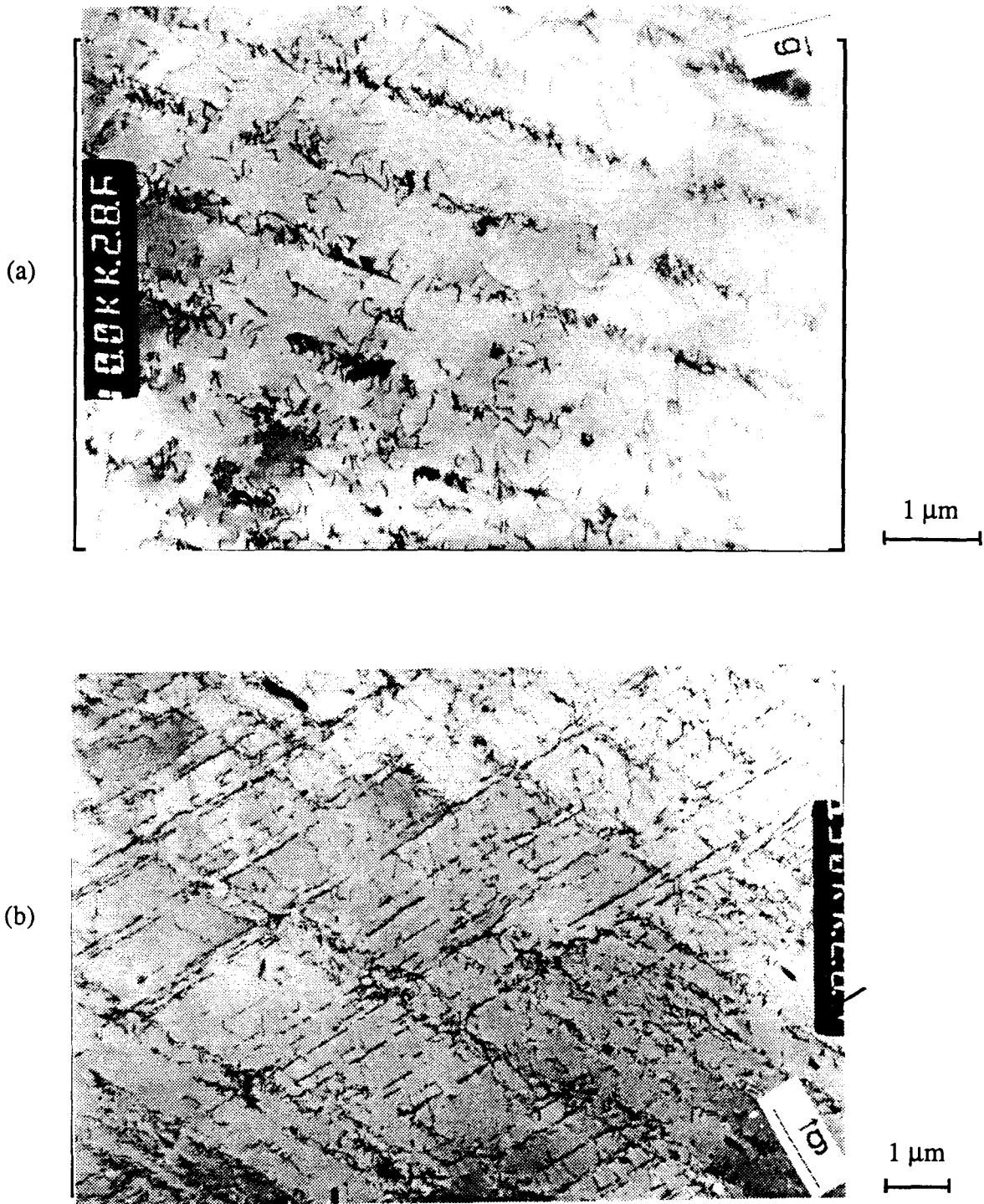


Figure III.41 : Structure de dislocations dans la phase austénitique, acier AF11, après cyclage jusqu'à 3000 cycles à $\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,15 \%$) ;

(a) axe du grain $[\bar{1} 2 11]$, plan de la lame $(2 1 0)$, $\vec{g} = [0 0 2]$.

(b) axe du grain $[\bar{3} 5 9]$, plan de la lame $(\bar{3} 7 \bar{4})$, $\vec{g} = [1 1 2]$.

180002

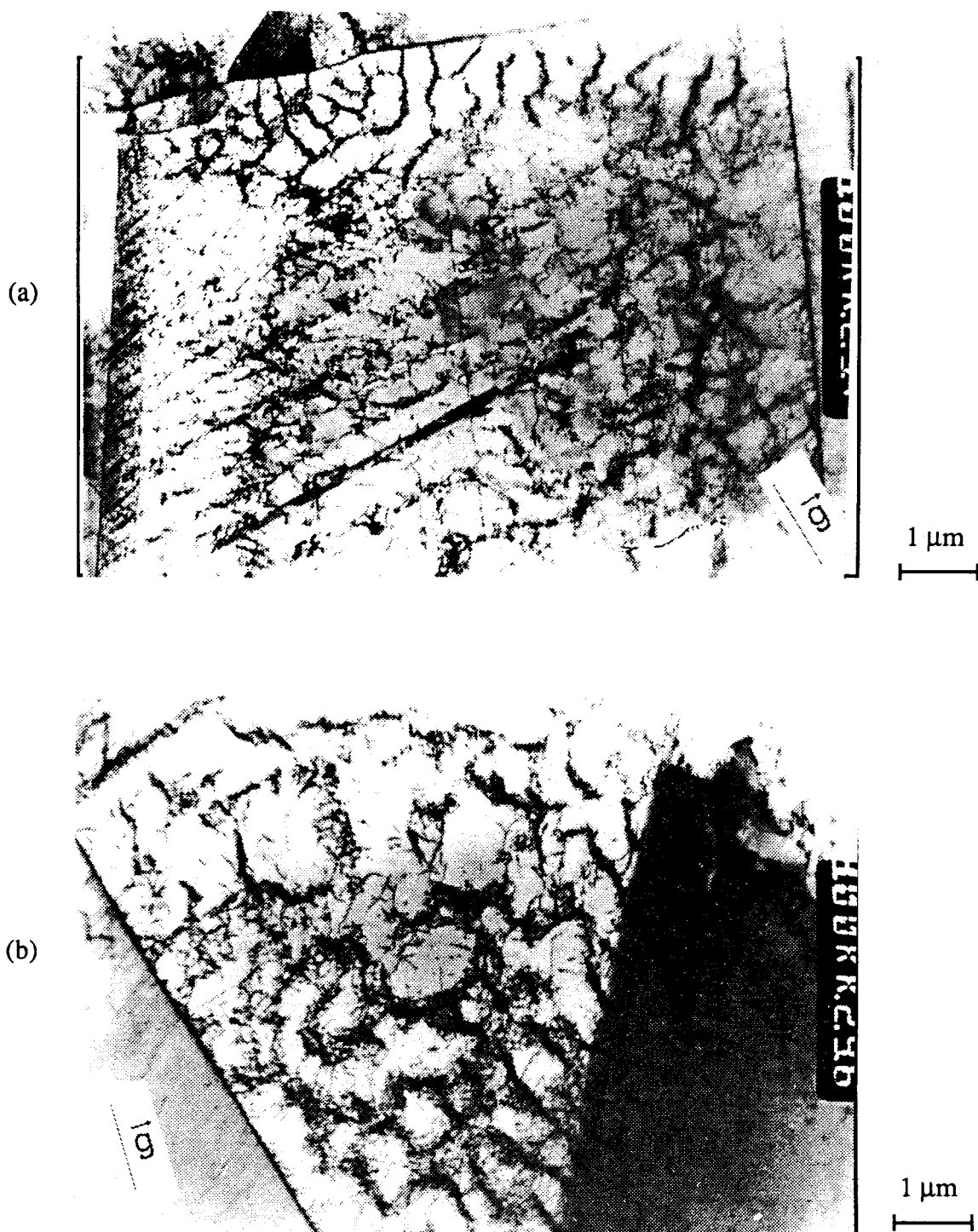


Figure III.42 : Structure de dislocations dans la phase austénitique, acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4\%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,45\%$) ;

(a) $\vec{g} = \langle 111 \rangle$.

(b) axe du grain $[\bar{5}79]$, plan de la lame $(\bar{4}\bar{3}0)$, $\vec{g} = [1\bar{1}1]$.

Sur la figure III.43, on observe une structure irrégulière à densité de dislocations variable ; on y distingue en particulier, le début de la formation des structures en échelle, ressemblant à celles observées dans le cuivre monocristallin ou polycristallin [Mughrabi et al., 1979 ; Polak, 1991].

La figure III.44, montre également une structure de cellules irrégulières, et la présence de plusieurs fautes d'empilement à l'intérieur de certaines cellules.

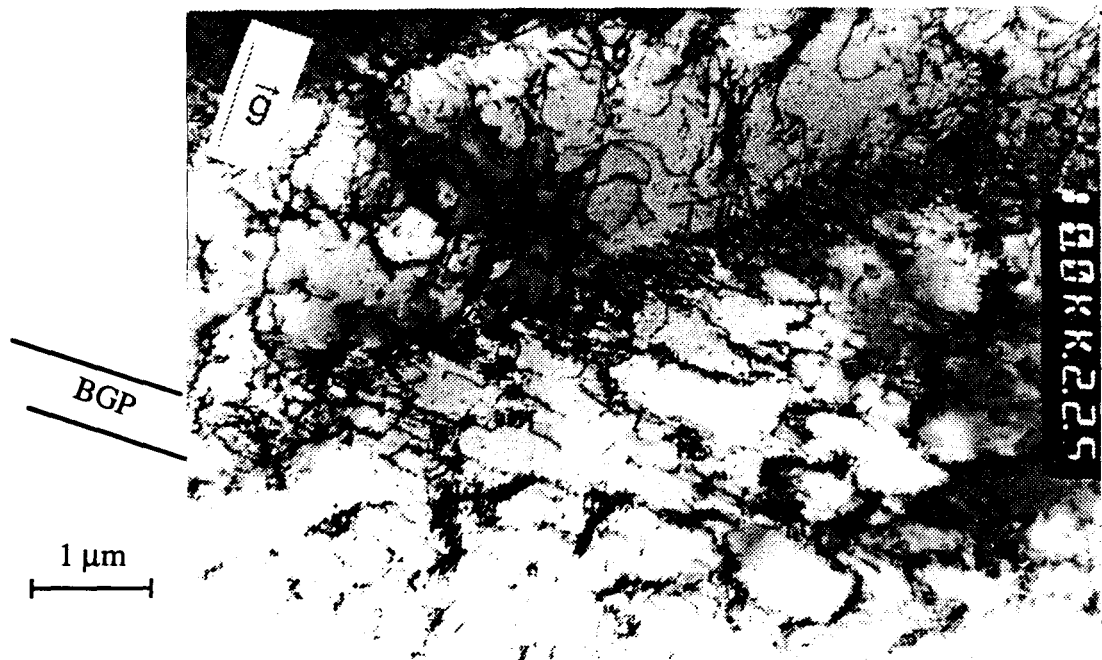


Figure III.43 : Structure en échelle dans la phase austénitique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4500$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4 \%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,45 \%$) ; $\vec{g} = \langle 111 \rangle$.

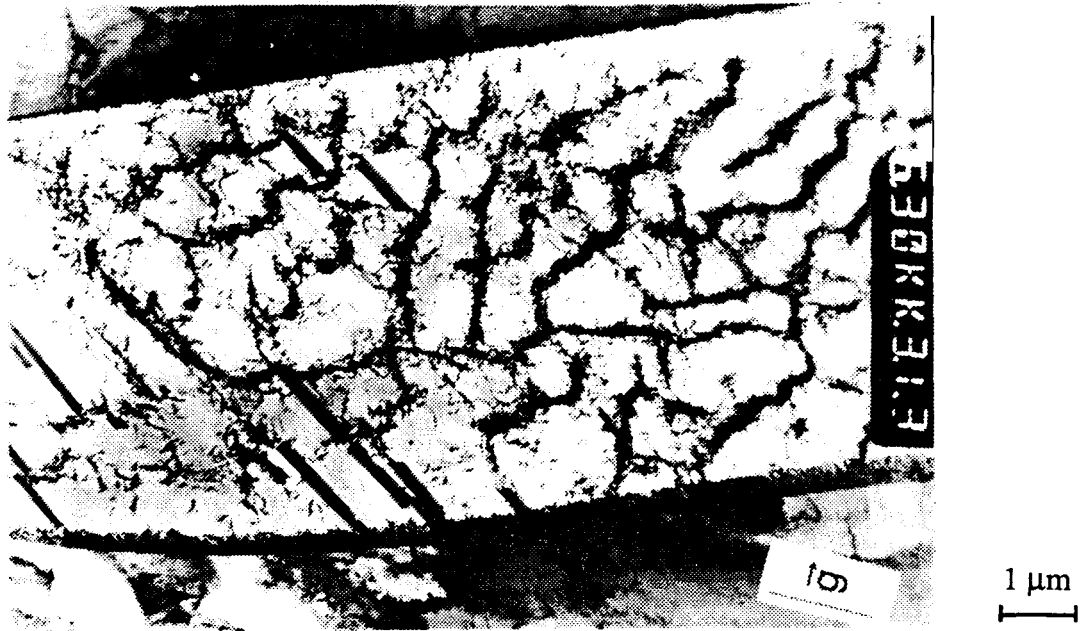


Figure III.44 : Fautes d'empilement dans la phase austénitique de l'acier AF11, après cyclage jusqu'à 2600 cycles ($N_R \approx 4000$ cycles) à $\Delta\epsilon_t = 1,4\%$, ($\epsilon_{aps} \approx 0,45\%$) ; axe du grain $[\bar{5} 7 10]$, plan de la lame $(9 7 \bar{1})$, $\vec{g} = [1 \bar{1} \bar{1}]$.

III.3.3 - Conclusion

L'examen des structures de dislocations dans les phases, austénitique et ferritique, des aciers duplex étudiés, sollicités à bas et moyen niveau de déformation, nous permet de retenir les points suivants :

- dans la phase ferritique, la structure des dislocations est qualitativement peu variable avec le niveau de déformation appliqué. l'existence de structures "en parois", en particulier à bas niveau de déformation, prouve la localisation de la déformation plastique dans cette phase.

- par contre, dans la phase austénitique, la structure des dislocations varie beaucoup avec l'augmentation du niveau de déformation : on observe en effet, un arrangement planaire à bas niveau de déformation, et une structure cellulaire irrégulière au niveau intermédiaire. Au plus haut niveau de déformation, le début de la formation de quelques structures en échelle traduit également une localisation de la déformation plastique dans cette phase.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail était d'étudier l'influence de la teneur en azote sur le comportement en plasticité cyclique et monotone à température ambiante, d'aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques type Z2 CND 22-05.

En raison de sa faible solubilité dans la phase ferritique, l'azote se trouve fortement concentré dans la phase austénitique des aciers inoxydables austéno-ferritiques ; ce qui entraîne un durcissement considérable de cette phase austénitique, qui peut alors devenir plus dure que la phase ferritique.

Le durcissement de la phase austénitique se traduit, dans l'acier duplex, par l'augmentation de sa limite d'élasticité, de ses contraintes d'écoulement et de sa résistance à la rupture. Néanmoins, l'augmentation de la limite d'élasticité est surtout notable pour les faibles teneurs en azote, tandis qu'elle est très modérée, voire négligeable à forte teneur en azote, lorsque la phase austénitique est la plus dure. En revanche, les contraintes d'écoulement et la résistance à la rupture augmentent de manière monotone avec l'augmentation de la teneur en azote.

Le haut niveau de résistance mécanique d'un acier duplex est encore amélioré par la présence d'azote, avec seulement une très légère réduction de la ductilité.

En fatigue plastique oligocyclique, le comportement d'accommodation se traduit par un durcissement rapide suivi d'un adoucissement d'autant plus prononcé que la teneur en azote est élevée. La localisation de la déformation plastique dans la phase ferritique est d'autant plus importante que le niveau de déformation est plus bas, ce qui se traduit par une réduction de la durée de vie à bas niveau de déformation avec l'augmentation de la teneur en azote. En revanche, à haut niveau de déformation, la phase austénitique accommode une partie de la déformation plastique, et comme l'azote accentue le caractère planaire de la déformation dans cette phase austénitique, donc assure une meilleure réversibilité de la déformation entre traction et compression, il en résulte une amélioration de la durée de vie à haut niveau de déformation, avec l'augmentation de la teneur en azote.

Par ailleurs, l'endommagement d'un acier duplex en plasticité cyclique, dépend fortement de la teneur en azote et du niveau de déformation appliqué. Il en ressort que dans un acier austéno-ferritique fortement chargé en azote :

- à bas niveau de déformation, la déformation plastique est accommodée par la phase ferritique, et par conséquent l'amorçage des microfissures a lieu dans cette phase ferritique ;

- à haut niveau de déformation, l'accommodation de la déformation plastique est assurée par les deux phases, conduisant à un amorçage des microfissures dans les deux phases ;

- le niveau de déformation de transition entre le comportement observé à bas niveau et celui observé à haut niveau de déformation, augmente avec l'augmentation de la teneur en azote.

L'endommagement superficiel s'avère très différent d'une phase à l'autre ; il s'en suit que les sites d'amorçage des microfissures diffèrent également d'une phase à l'autre. Dans la phase ferritique, les intrusions-extrusions jouent un rôle essentiel dans l'amorçage des microfissures (amorçage transgranulaire). En revanche, l'amorçage des microfissures dans l'austénite est souvent intergranulaire (entre deux grains d'austénite), et le processus d'amorçage des microfissures par les intrusions-extrusions est peu fréquent. En outre, les joints de phase n'interviennent quasiment pas dans le processus d'amorçage des microfissures.

Les sous-structures de dislocations dépendent également de la phase considérée. La structure de dislocations est qualitativement invariante avec le niveau de déformation dans la phase ferritique, tandis qu'elle est fortement dépendante du niveau de déformation dans la phase austénitique, en accord avec l'observation de l'endommagement en surface.

Il peut être intéressant d'étudier l'évolution des dislocations au cours de la phase d'accommodation grâce à des essais interrompus. La technique des répliques s'avère très utile pour le suivi de l'endommagement en surface. Néanmoins, cette technique a l'inconvénient de ne pas fournir de meilleures informations sur les intrusions-extrusions, caractéristique essentielle en fatigue, comme elles le sont pour l'observation directe de l'éprouvette elle-même. Enfin les résultats obtenus en fatigue-corrosion seraient peut être totalement différents (duplex souvent utilisés en milieux agressifs).

Références

Asby M.F., "The deformation of plastically non-homogenous materials", Phil. Mag., Vol. 21, 1970, pp. 399-424.

Bain E. C. et Griffiths W. E., Trans. AIME, 1927, 75, pp. 166.

Bathias C., "Mécanique et mécanismes de la fissuration par fatigue", La Fatigue des Matériaux et des Structures, Eds. C. Bathias et J.P. Bailon, 1980, Maloigne, (Paris, France), pp. 163-199.

Bavay J. C., "Aciers inoxydables austénitiques", Les Aciers Inoxydables, Eds. P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, Les Editions de Physique, (les Ulis, France), 1990, pp. 567-610.

Bernhardsson S., "Low alloyed duplex stainless steels ; alloy design and properties", DSS'91 , Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 137-150.

Bernhardsson S., Mellstöm R. et Oudsson J., "Properties of two highly corrosion resistance duplex stainless steels", Corrosion 81, International Corrosion Forum, National Association of Corrosion Engineers, Canada, Apr. 6-10 1981, paper n° 124.

Blanc G. et Tricot R., Mém. Sci. Rev. Mét., 68, 1971, pp. 735.

Bonnefois B., Soullignac P. et Getelin D., "Somme Beneficial effects of nitrogen alloying on the weldability of stainless steels", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 81-86.

Bonnefois B., Charles J., Dupoirion F. et Soullignac P., "How to predict welding properties of duplex stainless steels ?", DSS'91 , Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 347-361.

Byrnes M. L. G., Grugicic M. et Owen W.S., "Nitrogen strengthening of stable austenitic stainless steels", Acta Metall., 35 , 1987, pp. 1853-1862.

Charles J., "Super duplex stainless steels : structure and properties", DSS'91 , Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 3-48. (a)

Charles J., "super duplex stainless steels : Structure and properties", DSS'91 , Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 151-168.(b)

Cho K. et Gurland J., "The law of mixtures applied to the plastic deformation of two-phase alloys of coarse microstructures", Metal. Trans., Vol. 19A, 1988, pp. 2027-2040.

Chongmin K., "Modelling tensile deformation of dual-phase steel", Metal. Trans., Vol. 19A, 1988, pp. 1263-1268.

Coudreuse L., Thèse de docteur ingénieur, 1985, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

Degallaix S., "Rôle de l'azote interstitiel et combiné sur le comportement en plasticité cyclique et monotone d'aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12 (AISI 316L-316LN)", thèse d'état, 1986, Université Lille I.

Degallaix S. et Foct J., "L'azote dans les aciers inoxydables austénitiques (I)", Mém. Etu. Sci. Rev. Métall., Décembre 1987, pp. 645-653.

Degallaix S., Seddouki A., Degallaix G. et Nilsson J. O., "Influence of nitrogen on the low cycle of duplex stainless steels", Fatigue 93, Eds. J. P. Bailon et J. I. Dickson, Engineering Materials Advisory Services LTD, 1993, Vol. 1, (Warley, G.B.), pp. 91-96.
(a)

Degallaix S., Seddouki A., Nilsson J. O. et Polák J., "Influence of nitrogen on monotonic and cyclic mechanical properties of duplex stainless steels", HNS'93, Eds. V. G. Gavriljuk et V. M. Nadutov, Institute for Metal Physics, 1993, Vol. 2, (Kiev, Ukraine), pp. 420-425. (b)

Degallaix G. , Hottebart P., Seddouki A. et Degallaix S., "Advances in hysteresis loop analysis, by LCF test computerisation", Automation in Fatigue and Fracture Testing and Analysis, ASTM STP 1392, sous presse 1994.(c)

Degallaix S., Vogt J. B. et Foct J., "Influence de la teneur en azote interstitiel sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques", Mém. Et. Sci. Rev. Métall., Nov.1983, pp. 619-633.

Degallaix S., Taillard R. et Foct J., "Role of nitrogen interstitial in plastic fatigue of austenitic stainless steels", Fatigue 84, 2nd international conference on fatigue and fatigue thresholds, 3-7 Sept. 1984 , pp. 49-57.

Degallaix G., Seddouki A. et Degallaix S., "Low cycle fatigue of a duplex stainless steel alloyed with nitrogen", Low Cycle Fatigue 3, Ed. K. T. Rie, Elsevier Appl. Sc., 1992, (London, G.B.), pp. 76-81.

Degallaix S., Degallaix G. et Foct J., "Influence of Nitrogen solutes and of precipitates on LCF of 316L stainless steels", Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, H.D. Solomon, G. R. Halford, L. R. Kaisand, et B. N. Leis, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1988, pp. 798-811. (a)

Degallaix S., Dickson J. I. et Foct J., "Effect of nitrogen on fatigue and creep-fatigue behaviour of austenitic stainless steels", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 380-386.(b)

DeLong W. T., Ostrom G.A. et Szumachowski E. R., "Measurement and calculation of ferrite in stainless steel weld metal", Weld. J. , Vol. 35, 1956, .

Desestret A., et Charles J., "Les aciers inoxydables austéno-ferritiques", Les Aciers Inoxydables, Eds. P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, Les Editions de Physique, (les Ulis, France)1990, pp. 631-678.

Dhers J., Foct J. et Vogt J-B., "Influence of nitrogen content on fatigue crack growth rate at 77 K and 293 K of a 316 L steel", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 199-203.

Donadille C., Essadiqi L., Pernot M., Penelle R. et Lacombe P., "Investigation by high voltage electron microscopy of the microstructural evolution of a 316 stainless steel during monotonic and/or cyclic uniaxial loading at room temperature", ICSMA 5, Vol. 2, Aout 1982, pp. 306-604.

Douglass D. I. Thomas G. et Roser W. R., "Ordering, stacking faults and stress corrosion cracking in austenitic alloys", Corrosion, Jan. 1964, pp. 15t-27t.

Fawley R., Quader M. A. et Dodd R. A., "Compositional effects on the deformation modes, annealing twin frequencies, and stacking fault energies of austenitic stainless steels", Trans. AIME, Vol. 242, Mai 1968, pp. 771-776.

Feltner C. E. et Laird C., "Cyclic stress-strain response of FCC metals and alloys - I : phenomenological experiments" Acta Metal., Vol. 15, 1967, pp. 1621-1632 ; II : "dislocation structures and mechanisms", Acta Metal., Vol. 15, 1967, pp. 1633-1653.

Floreen S. et Hayden H. W., Trans. ASM, 61, 1968, pp. 489.

Foct J., Magnin T., Perrot P. et Vogt, J.-B., "Nitrogen alloying of duplex stainless steels", DSS'91, Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 49-65.

Gerland M., Mendez J., Violan P. et Aït Saadi B., "Evolution of dislocation structures and cyclic behaviour of 316L-type austenitic stainless steel cycled in vacuum at room temperature", Mater. Sci. Eng., A118, 1989, pp. 83-95.

Grujicic M., Nilsson J. O., Owen W. S. et Thorvaldsson T., "Basic deformation mechanisms in nitrogen strengthened stable austenitic stainless steels", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 151-158.

Hendry A., Mazur Z. F. et Jack K. H., Metal Science, 1979, 13, pp. 482.

Hochmann T., Desestret A., Jolly P. et Mayoud R., Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloy, NACE, 1977, pp. 956.

Irisari A. M., Erauzkin E., Santamaria F. et Gil-Negrete A., "Influence of the welding procedure on the ferrite and the fracture toughness of duplex stainless steel weldments", OMAE, Materials Engineering, ASME, Vol. III-A, 1991, pp. 131-135.

Kasperek P., Degallaix G. et Chieragatti R., "Développement et extensions d'une machine semi-automatique de polissage mécanique axial d'éprouvettes de fatigue". Rapport de fin de contrat ANVAR d'aide aux jeunes pour l'innovation technologique, N° J 92 04 005 N JJ, Novembre 1993.

Klesnil M. et Lukas P., "Fatigue of metallic materials", Materials Science Monographs, 7, Elsevier, 1980.

Lardon J. M., "Endommagement en fatigue-corrosion d'alliages inoxydables austéno-ferritiques", Thèse de docteur ingénieur, 1986, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

Lardon J.M., Charles J., Dupoirion F. et Bavay J.G., "Duplex austenitic ferritic stainless steels, mechanical properties and corrosion resistance", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 280-287.

Laukonish J. V. et Wagoner R. H., "Plastic behaviour of dual phase steel following plane-strain deformation", Metal. Trans., Vol. 16A, 1985, pp. 421-425.

Ledbetter H. M. et Austin M. W., Mat. Sci. Tech., 3, 1987, pp. 101.

-
- Lee J.K. et Laird C., "Cyclic deformation in Al-4 Wt. % Cu alloy single crystals containing coherent η precipitates I : Cyclic stress-strain response", Mat. Sci. Eng., 54, 1982, pp. 39-52.
- Lefebvre G. et Dufrane J.-J., "Production and welding of zeron 100 super duplex", OMAE-Volume III-A, Materials Engineering, ASME, 1991, pp. 145-153.
- Low J.R. et Garofalo F., Proc. Soc. Stress Anal., Vol.4, 1947, pp. 16.
- Ludwigson D.C., "Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys", Met. Trans., Vol. 2, octobre 1971, pp. 2825-2828.
- Ludwik P., "Elemente der technologischen mechanik", Springer-Verlag, OHG, (Berlin), 1909, pp. 32.
- Lukas P., Klesnil M. et Polák J, Mat. Sci. Eng., 15, 1974, pp. 239.
- Magnin T. et Moret F., "Mechanical twinning in ferritic stainless steels", Scrip. Metall., 16, 1982, pp. 1225-1228.
- Magnin T., Lardon J.-M. et Coudreuse L., "A new approach to low cycle fatigue behaviour of duplex stainless steel based on the deformation of the individual phases", Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, Eds. H.D. Solomon, G.R. Halford, L. R. Kaisand, et B.N. Leis , American Society for Testing and Materials, (Philadelphia, USA), 1988, pp. 812-823. (a).
- Magnin T. et Lardon J. M., "Cyclic deformation mechanisms of a two phases stainless steels in various environmental conditions", Mater. Sci. Eng., A104, 1988, pp 21-28. (b).
- Magnin T., Coudreuse L. et Fourdeux A., "Consequences of twinning interactions on the monotonic and cyclic deformation of B.C.C. stainless steels", Mater. Sci. Eng., 63, 1984, pp. L5-L8. (a).
- Magnin T., Driver J., Lepinoux J. et Kubin L. P., "Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux CC et CFC I : Consolidation cyclique", Revue de Physique appliquée, 19, 1984, pp. 467-482. (b)
- Magnin T., Driver J., Lepinoux J. et Kubin L. P., "Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux CC et CFC II : Saturation cyclique et localisation de la déformation", Revue de Physique appliquée, 19, 1984, pp. 483-502. (c).

Magnin T. et Coudreuse L., "The effect of strain rate on the corrosion fatigue behaviour of BCC. Fe-26Cr-1Mo stainless steels", Mater. Sci. Eng., 72, 1985, pp. 125-134.

Magnin T., Coudreuse L. et Lardon J. M., "A quantitative approach to fatigue evolution in FCC and BCC stainless steels", Scrip. Metall. 19 (1985) pp. 1487-1490.

Magnin T., Ramade C., Lepinoux J. et Kubin L. P., " Low cycle fatigue damage mechanisms of FCC and BCC polycrystals : Homologous behaviour", Mater. Sci. Eng., A118, 1989, pp. 41-51.

Magnin T. et Coudreuse L., "Corrosion fatigue mechanisms in BCC stainless steels", Acta Metall., 35, 1987, pp. 2105-2113.

Mannan S.L., Samuel K.G. et Rodriguez P., "Stress-strain relation for 316 stainless steel at 300 K", Scrip. Met., Vol. 16, 1982, pp. 255-257.

Masumoto T. et Imai Y., "Structural diagrams and tensile properties of the 18Cr-Fe-Ni-N quaternary system alloys", Journal Jpn Inst. Metals, Juillet 1969, pp. 1364-1371.

Mughrabi H., Ackermann F. et Herz K., "Persistent slip bands in fatigued face-centred cubic metals" - Fatigue mechanisms, ASTM STP 675, 1979, pp. 69-105.

Nilsson J. O. et Thorvaldsson T. , "The influence of nitrogen on microstructure and strength of high alloy austenitic stainless steel", Scandinavian Journal of Metallurgy, 15, 1985, pp. 83-89.

Nilsson J. O., Communication privée, Ecole Centrale de Lille, 1993.

Nilsson J. O. "The influence of nitrogen on high temperature low-cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steels", Fat. Eng. Mat. Str., Vol. 7, 1984, pp. 55-64.

Nilsson J. O., "Super duplex stainless steels", Materials Science and Technology, Volume 8, 1992, pp. 685-700.

Nilsson J. O., "The effect of slip behaviour on the low cycle fatigue behaviour of two austenitic stainless steels", Scrip. Metall., 17, 1983, pp. 593-596.

Obertlik K., Kruml T. et Polák J., "Dislocation structures in 316L stainless steel cycled in a wide plastic strain amplitude range", Mater. Sci. Engng, 1994, sous presse.

Paysson P., Trans. AIME, 100, 1932, pp. 306.

Pineau A., "Mécanismes d'accommodation et de fissuration en fatigue oligocyclique", Mécanique Matériaux Electricité, 1976, pp. 6-14.

Pineau A. et P. Petrequin, "La fatigue plastique oligocyclique", La Fatigue des Matériaux et des Structures, Eds.C. Bathias et J.P. Baïlon, 1980, Maloine, (Paris, France), pp. 107-161.

Pickering F.B., Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers LTD - London, 1978.

Pickering F.B., Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers LTD - London, 1983.

Kruml T. et Polák J., Communication privée, Ecole Centrale de Lille, 1993.

Polák J., "Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals", Materials Sciences Monographs, Es. Elsevier, 1991.

Polák J., Klesnil M et Lukas P. Mat. Sci. Eng., 15, 1974, PP. 231.

Polák J. Obrtlík K., et Helesic J., "Cyclic strain localisation in polycrystalline copper at room and low température", Mat. Sci. Eng., A132, 1991, pp. 67-76.

Pratt J. E., "Dislocations substructure in strain-cycled copper as influenced by temperature", Acta Metall., 15, 1967, pp. 319-327.

Pugh J. W. et Nisbet J. O., Trans. AIME, 188, 1950, pp. 268.

Pyle T., Rollins V. et Howaed D., Corrosion Fatigue : Chemistry, Mechanics and Microstructure, NACE, Vol. 2, 1972, pp. 12.

Rabbe P., "Amorçage des fissures de fatigue", La Fatigue des Matériaux et des Structures, Eds.C. Bathias et J.P. Baïlon, 1980, Maloine, (Paris, France), pp. 71-105.

Rémy L., Pineau A. et Thomas B., "Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys", Mat. Sci. Eng., 36, 1978, pp. 47-63.

Rouby M. et Blanchard P., "Propriétés physiques et mécaniques des aciers et alliages inoxydables", Les Aciers Inoxydables, Eds. P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, Les Editions de Physique, (les Ulis, france)1990, pp. 110-160.

Schaeffler A. L., "Constitution diagram for stainless steel weld metal", Met. Progr., vol. 56, 1949, pp. 680 et 680 B.

Schraam R. E. et Reed R. P., "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels", Met. Trans., Vol. 6A, 1975, pp. 1345-1351.

Shibata K., Kishimoto Y., Namura N. et Fujita T., "Cyclic softening and hardening of austenitic steels at low temperatures", Fatigue at low temperature ASTM STP 857, Ed. R. I. Stephens, 1985, pp. 31-46.

Seddouki A., Degallaix G., Degallaix S. et Polák J., "Comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables duplex alliés à l'azote", 1er Congrès de Mécanique, Société Marocaine des Sciences Mécaniques, Vol. 1, 1993, pp. 307-314. (a)

Seddouki A., Degallaix G., Degallaix S. et Polák J., "Endommagement en fatigue plastique à température ambiante d'aciers inoxydables austéno-ferritiques alliés à l'azote", 11ème Congrès de Mécanique, AUM, Vol. 4, 1993, pp. 245-248. (b)

Silcock J. M., Corros. J., 17, 1982, pp. 168.

Solomon H. D. et Devine T. M., "Keynote address : a tale of two-phases", DSS'83, Ed. Lula R. A., American Society of Metals (Metals Park, Ohio), 1983, pp. 693

Soussan A., "Influence conjointe de l'azote et de la taille de grain sur la plasticité monotone d'aciers inoxydables austénitiques Z2 CND 17-12 (AISI 316L-316LN)", thèse de docteur ingénieur, 1989, Université Lille I.

Soussan A. et Degallaix S. and Magnin T., "Work-hardening behaviour of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels", Mater. Sci. Eng., A142, 1991, pp 169-176.

Srivastava S. K., "Superplasticity in a duplex stainless steels", DSS'83, Ed. Lula R. A., American Society of Metals (Metals Park, Ohio), 1983, pp. 1.

Stoltz R. E. et Vander Sande J.B., "The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mo steels", Met. Trans., Vol. 11A, 1980, pp. 593-596.

Swann P. R., Corrosion, 19, 1963, pp. 102t.

Taillard R. et Foct J., "Mechanisms of the action of nitrogen interstitial upon low cycle fatigue behaviour of 316 stainless steels", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 387-391.

Takizawa K., Shimizu y., Yoneda E. et Tamura I., Trans. ISIJ, 22, 1982, pp. 326.

Tamura I., Tomota Y., Akao A., Ozawa M. et Kanotani S., Trans. ISIJ, 13, 1973, pp. 283.

Thomas G., "The effect of short-range order on stacking fault energy and dislocations arrangements in FCC solid solutions", Acta Metall., Vol. 11, 1963, pp. 1369-1371.

Tomota Y., Kuroki K., Mori T. et Tamura I., "Tensile deformation of two-ductile-phase : flow curves of α - γ Fe-Cr-Ni alloy", Mater. Sci. Eng. 24, 1976, pp. 85-94.

Uggowitzer P. J. et Harzenmoser M., "Strengthening of austenitic stainless steels by nitrogen", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 174-179.

Unnikrishnan K. et Mallik A. K., "Microstructure-strength relations in a duplex stainless Steel", Mater. Sci. Eng., 94, 1987, pp 175-181.

Vogt J-B., Magnin T. et Foct J., "Effective stresses and microstructure in cyclically deformed 316L austenitic stainless steel : effect of temperature and nitrogen content", Fat. Fract. Eng. Mater. Struct., Vol.16, N° 5, 1993, pp. 555-564.

Wahlberg G. et Dunlop G.L., "Nitrogen strengthening of duplex stainless steels", Stainless steels '87, Institute of Metals, (London, GB), 1987, pp. 291-299.

Wahlberg G., Rolander U. et Andrén H.-O., "Interaction between nitrogen and substitutional elements in the austenitic phase of duplex stainless steels", HNS'88, Eds. J. Foct et A. Hendry, the Institute of Metals, 1989, (London, G.B.), pp. 163-168.

Wahlberg G., "The role of nitrogen in duplex stainless steels", Thèse, Chalmers University of Technology, Göteborg, Sweden, 1989.

Welman W.H.M., Gadgil V.J. et Kolster B.H., "Mechanical behaviour of duplex stainless steels", DSS'91 , Eds. J. Charles et S. Bernhardsson, les Editions de Physique, 1991, (les Ulis, France), pp. 177-184.

Xia Y. B. et Wang Z. G., "Low cycle fatigue behaviour of a new type of stainless steels", Mater. Sci. Eng., A151, 1992, pp. 29-35.

Zhang Y., Dabkowski F. et J. Grant N., " The superplastic response of three rapidly solidified microduplex stainless steels of varying ferrite-austenite content", Mater. Sci. Eng., 65,1984, pp. 265-270.

THESE DE DOCTORAT

PRESENTEE DEVANT L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

- UU la loi n°84-52 du 26 janvier 1984 et notamment son article 17
- UU le décret n°84-573 du 5 juillet 1984
- UU l'arrêté du 30 Mars 1992 relatif aux études de troisième cycle
- UU les rapports de :

T. MAGNIN
C. PRIOUL

Professeur
Professeur

Ecole Mines St Etienne
Ecole Centrale Paris

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE :

1) Autorise Mr SEDDOUKI ABBASS

a soutenir une Thèse de Doctorat en MECANIQUE

sur le sujet suivant :

" ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE PLASTIQUE OLIGOCYCLIQUE A TEMPERATURE AMBIANTE
D'ACIERS INOXYDABLES DUPLEX AUSTENO-FERRITIQUES TYPE Z2 CND 22-05 ALLIES
A L'AZOTE "

2) Désigne :

- M. G. DEGALLAIX, Professeur, Ecole Centrale Lille
- M. G. DEGALLAIX, Professeur, Ecole Centrale Lille
- M. T. MAGNIN, Professeur, Ecole Mines St Etienne
- M. C. PRIOUL, Professeur, Ecole Centrale Paris
- M. ,,
- M. ,,
- M. ,,
- M. MME S. DEGALLAIX-MOREUIL, Professeur, Ecole Centrale Lille
- M. J.B. VOGT, Professeur,
- M. J. POLAK, Professeur, Ins. Phy. Mat. Brno Tche
- M. J.O. NILSSON, Docteur, R&DCent. Sandviken Suéd
- M. ,,

pour constituer le jury de soutenance de cette thèse..

3) La soutenance aura lieu le 12/7/94 à 10 H 15 Laboratoire de Mécanique de Lille

Villeneuve d'Ascq le 23-06-

Pour le Président
La Vice-Présidente chargée
des questions Scolarité-Etudes

AMPLIATION TRANSMISE A
Monsieur Abbass SEDDOUKI, pour information

Pour le Secrétaire Général,
Par délégation
Le Chef du Service Scolarité

J.C. CALBRE

J. Parreau
J. PARREAU