

50376
1995
17

50376
N° d'ordre : 1475 1995
17



THESE

Présentée à

**L'UNIVERSITE
DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**

Pour obtenir le Titre de

DOCTEUR

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

Catherine COUVREUR-BIGEON

Ingénieur E.N.S.C.L.

**MECANISMES DE PLASTICITE CYCLIQUE
D'ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES 12% Cr
ALLIES A L'AZOTE**

Soutenue à Lille le 30 Janvier 1995

Commission d'examen :

J. FOCT	Professeur, Université de Lille I	Président
T. MAGNIN	Professeur, ENSM Saint-Etienne	Rapporteur
J.-C. VAN DUYSSEN	Docteur ès Sciences, E.D.F. Les Renardières	Rapporteur
J. POLAK	Professeur, Brno, République tchèque	Examineur
G. DEGALLAIX	Professeur, Ecole Centrale de Lille	Examineur
J.-B. VOGT	Professeur, ENSC Lille	Directeur de thèse

Ce travail a été conduit au sein du laboratoire de Métallurgie Physique (URA CNRS 234) de l'Université des Sciences et Technologies de Lille sous la direction de Monsieur le Professeur J.-B. VOGT.

Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude pour sa grande implication dans ces travaux. Son encadrement, ses conseils avisés et judicieux, les nombreuses discussions fructueuses et un soutien moral permanent ont permis d'aboutir à ce travail. Qu'il en soit très vivement remercié.

Que le Professeur J. FOCT soit très sincèrement remercié pour m'avoir accueillie dans son laboratoire, pour m'avoir accordé une partie de son temps au travers de discussions toujours intéressantes.

Je le remercie pour l'honneur qu'il me fait en acceptant d'être le président du jury.

Je remercie Messieurs T. MAGNIN, Professeur à l'ENSM de Saint-Etienne et J.-C. VAN DUYSSEN, chef de groupe de Métallurgie au Centre d'Etudes et Recherches d'EDF Les Renardières, d'avoir accepté d'examiner ce travail avec grand intérêt et d'en être les rapporteurs.

Je remercie également Messieurs G. DEGALLAIX, Professeur à l'Ecole Centrale de Lille, et J. POLAK, Professeur à l'Institut de Physique des Matériaux de Brno, pour avoir accordé de leur temps pour juger ce travail et d'avoir participé au jury.

Je tiens à leur exprimer ma profonde reconnaissance pour les remarques et idées pertinentes faites sur ce travail.

Je tiens également à remercier Monsieur le Professeur P. PERROT pour avoir développé des aspects thermodynamiques du sujet et Monsieur le Professeur J.-P. MORNIROLI pour m'avoir fait bénéficier de ses compétences en microscopie électronique.

Je remercie enfin tous les membres du laboratoire, et tout particulièrement Melle OLIVIER et Mr ANDRIES, qui ont contribué de loin ou de près, techniquement, scientifiquement et moralement au bon déroulement de ce travail.

SOMMAIRE

Introduction	1
Chapitre I :	
Des nuances élémentaires 13% Cr aux nuances sophistiquées 12% Cr à l'azote	7
I-1 CONCEPTION ET EVOLUTION DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DE TYPE 12% Cr	9
I-1-1 Conception des aciers de type X20Cr13	9
I-1-2 Evolution de la nuance X20CrMoV 12.1	18
I-1-2-1 <i>Années 1960: optimisation des teneurs en Mo et Nb</i>	18
I-1-2-2 <i>Années 1970: effets bénéfiques des phases de Laves</i>	19
I-1-2-3 <i>Années 1980</i>	19
I-2 POURQUOI DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DE TYPE 12% Cr A L'AZOTE ?	22
I-2-1 Les atouts de l'azote	22
I-2-1-1 <i>Ancienne image de l'azote</i>	22
I-2-1-2 <i>Effets bénéfiques de l'azote dans les aciers austénitiques</i>	23
I-2-1-3 <i>L'azote dans les nuances martensitiques</i>	26
I-2-2 Introduction de fortes teneurs en azote dans les aciers inoxydables martensitiques de type 12% Cr	27
I-2-2-1 <i>Introduction tardive de l'azote en grande quantité dans les aciers</i>	27
I-2-2-2 <i>Augmentation de la solubilité de l'azote</i>	28
I-2-2-3 <i>Elaboration d'aciers à forte teneur en azote</i>	33

Chapitre II :	
Matériaux et traitements thermiques	49
II-1 PRESENTATION DES MATERIAUX	51
II-2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES	56
II-2-1 Traitements thermiques	56
II-2-2 Examens métallographiques	56
II-2-3 Diffraction des rayons X	56
II-2-4 Microscopie électronique en transmission	57
II-2-5 Essais de résilience	57
II-3 TRAITEMENTS THERMIQUES REALISES	58
II-3-1 Importance du traitement thermique dans les aciers 12% Cr	58
II-3-2 Choix des traitements thermiques	59
II-3-2-1 <i>Traitement d'austénitisation</i>	59
II-3-2-2 <i>La trempe</i>	61
II-3-2-3 <i>Traitement de revenu</i>	63
II-3-2-4 <i>Traitements thermiques adoptés</i>	66
II-3-3 Microstructures brutes-de-trempe	68
II-3-3-1 <i>Etude métallographique des martensites à l'état trempé</i>	68
II-3-3-2 <i>Etude en microscopie électronique en transmission</i>	73
II-3-3-2-a <i>Morphologie de la martensite</i>	73
II-3-3-2-b <i>Etat de précipitation</i>	74
II-3-3-3 <i>Etude de tétragonalité par diffraction des rayons X</i>	77
II-3-3-4 <i>Macroducté</i>	78
II-3-4 Microstructures revenues	80
II-3-4-1 <i>Données bibliographiques sur la précipitation dans les aciers 12% Cr lors de traitements de revenu</i>	80
II-3-4-1-a <i>Revenu entre 600°C et 800°C dans les aciers 12% Cr au carbone</i>	80

<i>II-3-4-1-b Revenu entre 300°C et 500°C dans les aciers 12% Cr à l'azote</i>	89
<i>II-3-4-1-c Revenu entre 600°C et 800°C dans les aciers 12% Cr à l'azote</i>	89
<i>II-3-4-2 Macroducté</i>	92
<i>II-3-4-3 Résilience</i>	93

Chapitre III :

Comportement en fatigue oligocyclique et endommagement en surface d'aciers martensitiques 12% Cr	103
---	-----

III-1 INTERETS DE L'ETUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12% Cr A L'AZOTE	105
--	-----

III-2 QUELQUES RAPPELS SUR LA DEFORMATION DES MATERIAUX CUBIQUES CENTRES	107
---	-----

III-2-1 Déformation sous sollicitation monotone	107
--	-----

III-2-2 Déformation sous sollicitation cyclique	110
--	-----

III-3 TECHNIQUES EXPERIMENTALES	112
--	-----

III-3-1 Les essais de fatigue oligocyclique	112
--	-----

<i>III-3-1-1 La machine de fatigue</i>	112
--	-----

<i>III-3-1-2 Les éprouvettes de fatigue</i>	112
---	-----

<i>III-3-1-3 Conduite des essais et paramètres mesurés</i>	113
--	-----

III-3-2 Moyens d'observation	114
-------------------------------------	-----

<i>III-3-2-1 Microscopie optique</i>	114
--------------------------------------	-----

<i>III-3-2-2 Microscopie électronique à balayage</i>	116
--	-----

III-4 INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12% Cr	117
III-4-1 Résultats mécaniques	117
<i>III-4-1-1 Tableaux de résultats</i>	117
<i>III-4-1-2 Comportement mécanique cyclique</i>	117
<i>III-4-1-2-a Evolution des contraintes</i>	117
<i>III-4-1-2-b Ecrouissage monotone et cyclique</i>	125
<i>III-4-1-2-c Résistance à la fatigue oligocyclique</i>	130
III-4-2 Endommagement en surface et faciès de rupture	134
<i>III-4-2-1 Quelques rappels sur les mécanismes de formation d'extrusions</i>	134
<i>III-4-2-2 Endommagement en surface des fûts d'éprouvettes après rupture</i>	138
<i>III-4-2-2-a Endommagement en surface à bas niveau de déformation</i>	139
<i>III-4-2-2-b Endommagement en surface à haut niveau de déformation</i>	144
<i>III-4-2-3 Faciès de rupture</i>	149
<i>III-4-2-3-a Aspect macroscopique</i>	149
<i>III-4-2-3-b Aspect microscopique</i>	156

**Chapitre IV :
Mécanismes de plasticité cyclique** 167

IV-1 ARRANGEMENTS DE DISLOCATIONS A RUPTURE	169
IV-1-1 Technique expérimentale	169
IV-1-2 Arrangement de dislocations à bas niveau de déformation	170
IV-1-3 Arrangement de dislocations à haut niveau de déformation	177

IV-2 MESURES DE CONTRAINTES INTERNES ET EFFECTIVES	185
IV-2-1 Fondement des mesures	185
IV-2-2 Méthodes utilisées	185
IV-2-3 Résultats et discussion	187
IV-2-3-1 <i>Méthode basée sur les boucles d'hystérésis</i>	187
IV-2-3-2 <i>Méthode basée sur des changements de vitesse de déformation</i>	191
IV-3 ENERGIE DE DEFORMATION PLASTIQUE CYCLIQUE	201
IV-3-1 Définition de l'énergie de déformation plastique cyclique et l'intérêt de l'utiliser comme critère de dommage	201
IV-3-2 Résultats et discussion	203
IV-4 EFFETS DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS 12% Cr A L'AZOTE	214
IV-4-1 Effet de la température d'austénitisation	214
IV-4-1-1 <i>Tableaux de résultats</i>	214
IV-4-1-2 <i>Evolution des contraintes</i>	216
IV-4-2 Effet de la température de revenu	217
IV-4-2-1 <i>Tableaux de résultats</i>	217
IV-4-2-2 <i>Evolution des contraintes</i>	217
CONCLUSION GENERALE	229
ANNEXE	235

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Au cours des dernières décennies, l'azote est devenu un élément d'alliage de plus en plus attractif pour améliorer les propriétés des aciers. Notamment, les effets bénéfiques de l'azote sur les caractéristiques mécaniques monotones (limite d'élasticité, charge et allongement à rupture) tant à haute température qu'à basse température, la résistance à la corrosion, le fluage et la fatigue d'aciers inoxydables austénitiques sont bien connus et ont permis d'utiliser ces aciers dans de nombreux domaines industriels.

Le succès remporté par les aciers austénitiques à l'azote ainsi que les connaissances technologiques d'élaboration acquises lors de l'élaboration de ces aciers ont largement contribué à la production d'aciers martensitiques à forte teneur en azote. Mais entre ces deux types d'acier, l'azote agit de manière très différente. Dans la solution solide cubique à faces centrées des austénitiques, l'azote, sous forme dissoute et parfois en sursaturation, est utilisé pour l'effet durcissant considérable qu'il provoque dans la matrice austénitique molle alors que dans la structure martensitique intrinsèquement dure, cet élément provoque la formation d'une fine dispersion de nitrures thermiquement très stables qui stabilisent la microstructure. De plus, la limite de solubilité naturelle de l'azote dans les structures cubiques centrées est très inférieure à celle dans les structures cubiques à faces centrées, ce qui impose un procédé sophistiqué pour les nuances martensitiques. Des industriels ont su maîtriser les énormes difficultés techniques qu'engendrait l'élaboration de ces nouvelles nuances et notamment l'industrie allemande V.S.G. a été une pionnière dans ce domaine. Un procédé basé sur la refusion sous laitier sous des pressions d'azote élevées (procédé P.E.S.R.) permet d'introduire des teneurs importantes d'azote dans l'acier en fusion et d'éviter une perte en azote durant la solidification.

Les aciers martensitiques contenant 12% de chrome sont massivement utilisés dans le domaine énergétique. On les retrouve dans de nombreux composants tels que les aubes de turbine, rotors,

enveloppes.... L'introduction d'azote a permis d'élever les températures de service de ces aciers. Au cours de leur utilisation, ces aciers sont soumis à d'importantes sollicitations thermomécaniques à haute température. La maîtrise du comportement en fluage de ces matériaux est indispensable; des études poussées dans ce domaine ont été menées à l'institut des matériaux de Bochum. En ce qui concerne le comportement en fatigue des aciers martensitiques 12% Cr, quelques études ont porté sur les 12% Cr au carbone alors qu'elles sont inexistantes pour les 12% Cr à l'azote.

La présente thèse concerne donc le comportement en fatigue oligocyclique de différentes nuances d'aciers 12% Cr à l'azote et a un double objectif : la contribution à la compréhension du rôle de l'azote sur le comportement mécanique en fatigue oligocyclique d'aciers martensitiques type 12% Cr et la contribution à la compréhension des paramètres et mécanismes qui gouvernent l'endommagement de matériaux à structure martensitique en lattes.

Le premier chapitre débutera par la présentation des aciers martensitiques 12% Cr en retraçant leur évolution depuis leur origine et les différentes améliorations apportées à ces aciers. Une des voies récentes d'amélioration des aciers 12% Cr est l'introduction massive d'azote par le procédé P.E.S.R.. Les aciers 12% Cr à l'azote étudiés ayant été obtenus par ce procédé, cette technique d'élaboration sera alors largement détaillée.

La compréhension du comportement mécanique des aciers étudiés ne peut être menée à bien sans une connaissance précise des microstructures complexes martensitiques. Après la présentation des différents matériaux étudiés, une description détaillée des traitements thermiques réalisés et des microstructures qui en résultent sera faite au cours du deuxième chapitre. Ce sont essentiellement des phénomènes de précipitation qui opèrent au cours des différents traitements thermiques réalisés. La caractérisation de l'état de précipitation dans les aciers 12% Cr étant un sujet à part entière, on s'aidera des résultats obtenus dans ce domaine, en particulier de ceux de F. Vanderschaeve du laboratoire de métallurgie physique de Lille.

Les résultats mécaniques obtenus lors d'essais en fatigue oligocyclique ainsi que l'endommagement en surface à rupture des fûts d'éprouvette seront présentés dans un troisième chapitre. Les influences de la composition chimique et du niveau de déformation sur le comportement mécanique et la plasticité de surface seront particulièrement détaillées.

Deux optiques différentes seront suivies dans le quatrième chapitre afin de relier le comportement mécanique à la microstructure. Une optique d'ordre microscopique permettra par l'analyse des microstructures de dislocations d'établir un lien entre l'endommagement en surface et la localisation de la déformation dans les différents matériaux. Une optique d'ordre mécanistique sera menée par l'analyse des boucles d'hystérésis.

CHAPITRE I

DES NUANCES
ELEMENTAIRES 13% Cr
AUX NUANCES
SOPHISTIQUEES 12% Cr
A L'AZOTE

CHAPITRE I

DES NUANCES ELEMENTAIRES 13% Cr AUX NUANCES SOPHISTIQUEES 12% Cr ALLIEES A L'AZOTE

L'objectif de ce premier chapitre est de comprendre tout d'abord pourquoi des aciers inoxydables martensitiques de type 12% Cr ont été conçus et pourquoi ces aciers ont été sans cesse améliorés depuis leur conception. Dans un deuxième temps, nous détaillerons la voie récente adoptée pour améliorer la résistance au fluage des aciers 12% Cr, celle de l'introduction massive d'azote. Ce sont des aciers inoxydables martensitiques de type 12% Cr alliés à l'azote bien au-delà de sa limite de solubilité qui seront ensuite étudiés en fatigue oligocyclique.

I-1 CONCEPTION ET EVOLUTION DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITQUES DE TYPE 12% Cr

I-1-1 Conception des aciers de type X20Cr13

Ce n'est que plus d'un siècle après l'isolement de l'élément chrome par réduction de minerais par le chimiste français Vauquelin en 1797 que l'on s'intéressa au rôle de cet élément dans le processus de corrosion d'un acier. En effet, alors que le chrome est moins noble que le fer électrochimiquement parlant, sa résistance à la corrosion est pourtant meilleure dans de nombreux environnements aqueux, organiques et gazeux, d'où l'idée d'introduire du chrome dans les aciers. Ainsi, de nombreuses expériences [1] ont mis en évidence une teneur minimale en chrome pour que l'acier ait une bonne résistance à la corrosion, soit environ 12% de chrome en poids. Cette amélioration de la

résistance à la corrosion de l'acier en présence de chrome est due à la formation d'une couche passive protectrice (film d'oxydes de quelques dizaines d'angströems) très stable.

A côté de l'élément d'alliage métallique de base dans les aciers inoxydables que constitue le chrome, il y a l'élément non métallique qu'est le carbone dont le rôle dans les aciers inoxydables est très important. En effet, l'addition de carbone dans le système Fe-Cr va avoir une action à la fois sur l'étendue du domaine austénitique car le carbone est un puissant élément γ -gène (élément encourageant la formation de l'austénite) et sur la formation de carbures.

Un acier contenant au moins 12% de chrome et au plus 1.10% de carbone (teneurs massiques) est alors considéré comme inoxydable.

A cause de la mauvaise tenue à la corrosion dans de nombreux milieux, en corrosion sous contrainte, on a été amené à ajouter d'autres éléments d'alliage. Ces additions ont eu pour conséquence de donner à l'acier différentes structures et on peut distinguer quatre grandes familles d'aciers inoxydables : les aciers inoxydables martensitiques, les aciers inoxydables ferritiques, les aciers inoxydables austénitiques et les aciers duplex. Le diagramme de Schaeffler (figure I-1) permet de prévoir la structure d'un acier industriel à n constituants en fonction de l'équivalent chrome des éléments α -gènes (éléments encourageant la formation de ferrite) et de l'équivalent nickel des éléments γ -gènes :

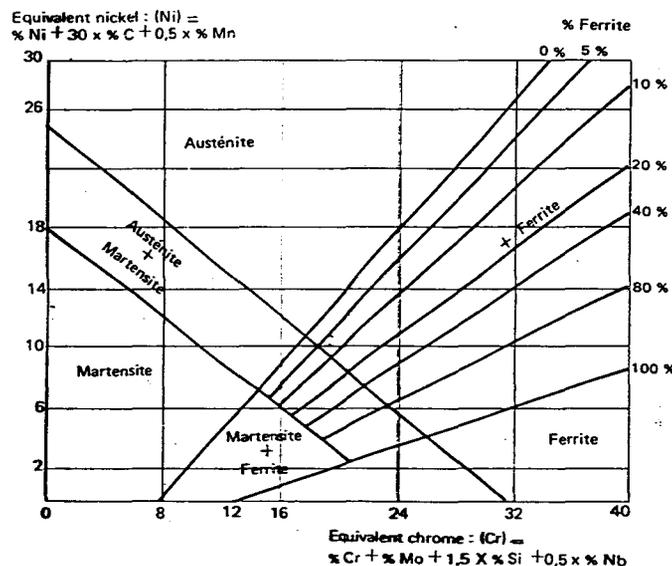


Figure I-1 : Diagramme de Schaeffler [2]
 Schaeffler diagram [2]

Dans le cas des aciers martensitiques, la composition chimique doit être soigneusement ajustée si l'on veut obtenir cette structure. Cette dernière s'obtient en faisant subir à l'acier une austénitisation (domaine de température compris généralement entre 950°C et 1150°C suivant la composition chimique) pour repasser dans le domaine monophasé austénitique du matériau et homogénéiser la solution solide cubique à faces centrées. Le chrome étant un puissant élément α -gène, l'introduction de cet élément d'alliage dans le fer entraîne une forte diminution du domaine de stabilité de l'austénite. Un peu moins de 13 % de chrome en poids dans le système binaire Fe-Cr suffit pour fermer la boucle austénitique comme le montre la figure I-2. La teneur en chrome de 12% en poids apparaît donc comme une teneur critique au-delà de laquelle il n'est pas possible de former de la martensite qui se transforme à partir de l'austénite et en dessous de laquelle l'acier ne peut être considéré inoxydable.

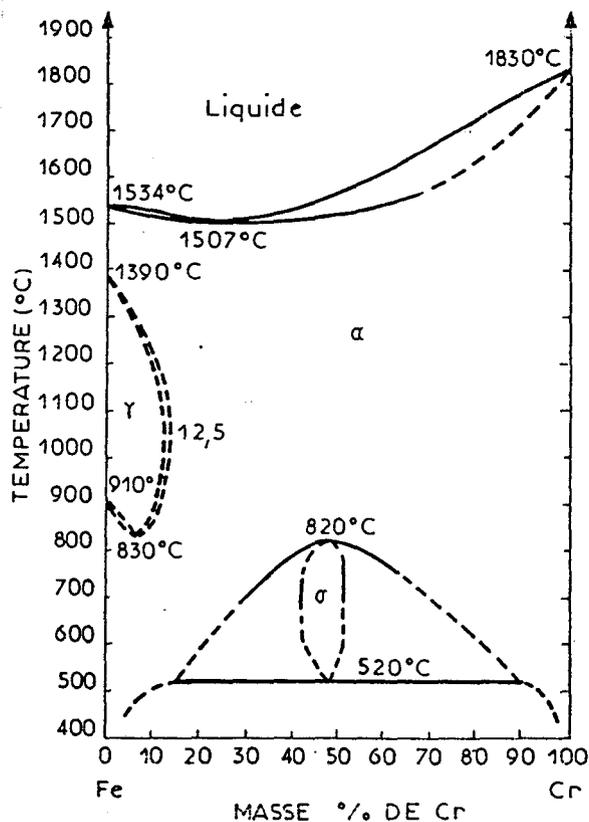


Figure I-2 : Diagramme d'équilibre du système Fe-Cr [3]
 Fe-Cr phase diagram [3]

L'introduction d'éléments γ -gènes, comme le carbone, dans le système Fe-Cr permet d'étendre le domaine austénitique vers des

teneurs en chrome plus élevées, ce qui permet de renforcer le caractère inoxydable de l'acier. La figure I-3 montre bien l'élargissement du domaine austénitique γ ainsi que celui du domaine biphasé ($\alpha+\gamma$) quand le pourcentage en carbone passe de 0.05% à 0.2% (en poids) dans le système Fe-Cr.

Après l'austénitisation, l'acier est refroidi. Au cours du refroidissement, la structure austénitique de l'acier se transforme en martensite si la vitesse de refroidissement le permet.

Les aciers inoxydables martensitiques sont le plus souvent soumis à un revenu (réchauffement du matériau et maintien isotherme à une température inférieure à A_{c1}) réalisé en général entre 700°C et 750°C, ce qui permet d'obtenir un acier ayant une bonne combinaison entre limite d'élasticité, ductilité et ténacité. Au cours du revenu, des phénomènes de précipitation ont lieu et la nature de la précipitation dépend de la composition chimique et de la température de revenu.

A partir de ces nombreuses considérations a été élaborée la première nuance martensitique dénommée X20Cr13 selon la norme allemande DIN, contenant 13% de chrome (en poids) afin d'assurer l'inoxidabilité de l'acier et 0.2% de carbone (en poids) qui est une teneur minimale pour avoir un acier de type martensitique. Le principal domaine d'application de cette nuance était et est toujours la coutellerie.

Mais dans de tels aciers ne contenant que très peu d'éléments d'alliage (essentiellement du chrome et du carbone), les carbures formés lors du revenu présentent une forte instabilité thermique, i.e. une tendance à la coalescence. Afin d'obtenir une bonne résistance au revenu de ces aciers, c'est-à-dire de ralentir la coalescence des précipités, il est apparu nécessaire d'allier correctement les matériaux. Une résistance au revenu pour des températures de revenu les plus élevées possibles est nécessaire pour obtenir un optimum entre ductilité, ténacité et niveaux de contrainte. Les éléments d'alliage les plus efficaces pour produire cette résistance au revenu sont les éléments carburigènes tels que le molybdène et le vanadium. Ces deux éléments favorisent plutôt la formation du précipité M_2X , précipité très fin, de structure hexagonale compacte et de type $(CrMoV)_2(X)$ dans les aciers 12% CrMoV, avec $X = C$ et/ou N , aux dépens de la formation du carbure M_7C_3 , ce qui renforce le durcissement secondaire [5]. Sur la figure I-4, les effets de Mo et de V

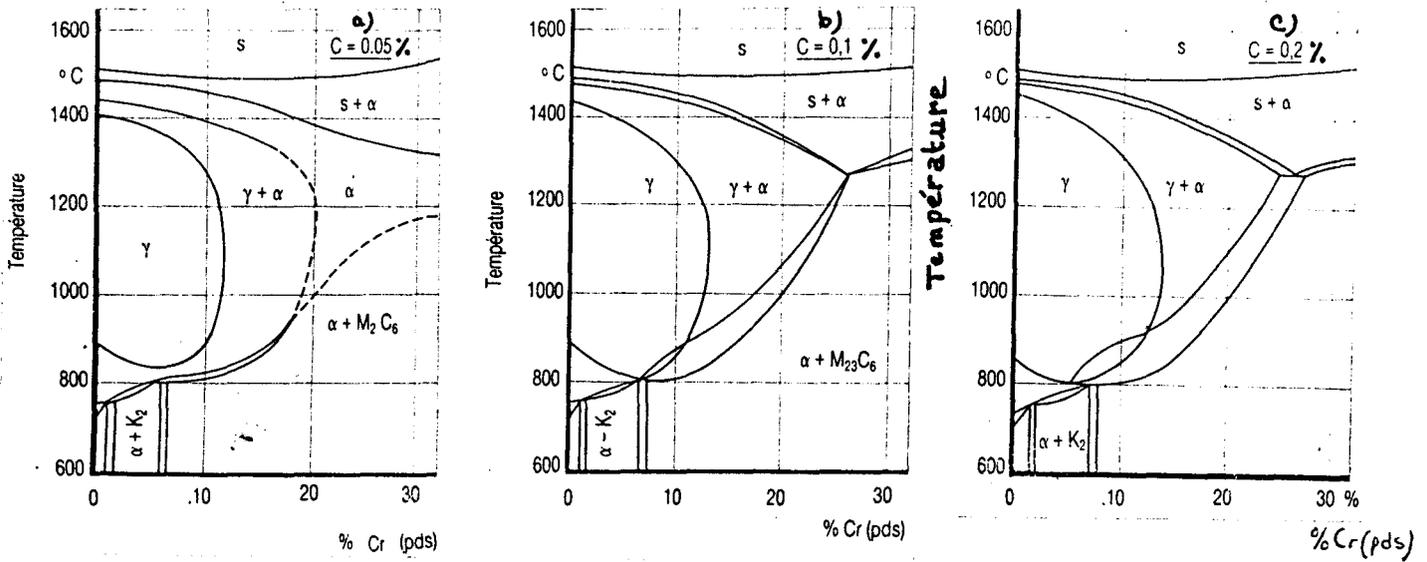


Figure I-3 : Influence de la teneur en carbone sur le diagramme d'équilibre du système Fe-Cr-C : a) 0.05% C (en poids); b) 0.10% C (en poids); c) 0.20% C (en poids); $K_2=M_7C_3$ [4]

Carbon content influence on Fe-Cr-C phase diagram : a) 0.05% C (weight percent); b) 0.10% C (weight percent); c) 0.20% C (weight percent); $K_2=M_7C_3$ [4]

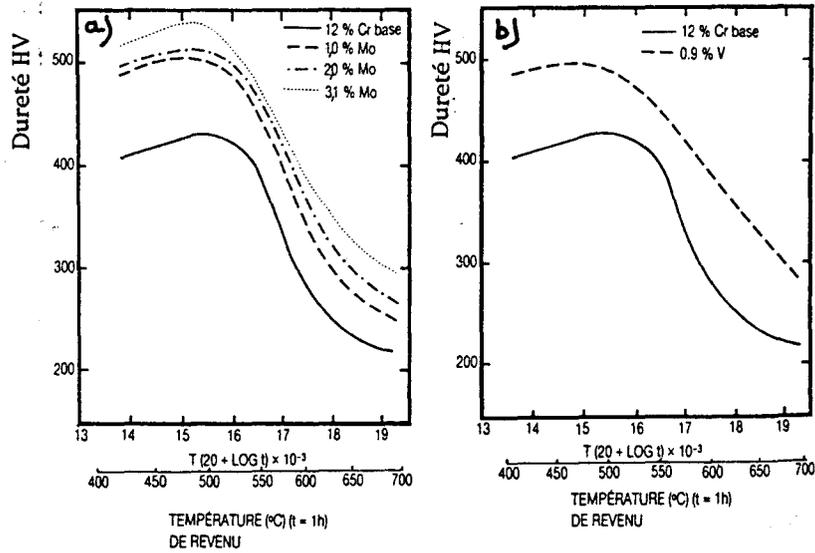


Figure I-4 : Influence des éléments d'alliage : a) Mo et b) V sur l'évolution de la dureté Vickers avec la température de revenu dans un acier 12% Cr [6]

Influence of : a) Mo and b) V on the Vickers hardness evolution with tempering temperature in a 12% Cr steel [6]

sur la précipitation dans un acier inoxydable contenant 12% de chrome sont caractérisés par l'évolution de la courbe de dureté Vickers pour différentes teneurs en élément d'alliage.

Le tungstène a un effet analogue à celui de Mo et V mais il est moins marqué.

Les éléments Mo et V étant de puissants éléments α -gènes, ils encouragent donc la formation de la ferrite δ lors de l'austénitisation. Cette phase formée lors de l'austénitisation se retrouve dans la microstructure et les niveaux de contraintes en présence de ferrite δ dans un acier 12% Cr sont inférieurs à ceux atteints dans une microstructure entièrement martensitique [7]. Il est donc nécessaire d'équilibrer la composition chimique par l'addition d'éléments γ -gènes comme le nickel, le cobalt, le manganèse, voire le cuivre. Le problème avec le manganèse est qu'il abaisse assez fortement la température de début de transformation martensitique M_s [8]. La teneur en Mn devra être limitée pour éviter d'avoir, après la trempe, de l'austénite résiduelle. L'avantage du cobalt est qu'il n'a aucun effet sur M_s [8]. L'addition la moins onéreuse en élément γ -gène serait l'addition supplémentaire de carbone, mais une forte teneur en carbone implique de nombreux inconvénients:

- mauvaise soudabilité
- diminution de la ténacité car besoin d'une température d'austénitisation plus élevée pour dissoudre le carbone, entraînant une augmentation de la taille du grain austénitique
- résistance à la corrosion altérée

La teneur en carbone doit donc être gardée entre 0.1% et 0.2% en poids (bas carbone). Des teneurs en carbone de 0.3% dans les 12% Cr sont rencontrées pour les pièces d'engrenage ou de valves. Pour ces teneurs, on augmente les niveaux de contrainte par une intensification de la précipitation de carbures, mais au détriment de la ténacité et des propriétés de corrosion. Pour l'outillage, on peut rencontrer des teneurs de 1% de carbone (en poids), mais dans ce cas il faut augmenter le pourcentage en chrome [6].

Sur la nuance de base X20Cr13, on a donc ajouté 1% de molybdène (en poids) et environ 0.3% de vanadium (en poids) pour améliorer la

résistance à chaud de ces matériaux par la formation de précipités plus stables thermiquement. La présence du molybdène renforce la résistance à la corrosion [6]. La teneur en chrome a été légèrement abaissée (aux environs de 11%-12%) et du nickel et du manganèse ont été ajoutés afin d'atténuer les effets α -gènes du molybdène et du vanadium.

Ainsi était conçue la nuance X20CrMoV 12.1, acier martensitique dont la principale qualité est sa bonne résistance au fluage. Cette dernière est la contrainte maximale admissible par le matériau à une température donnée pour qu'il y ait rupture au bout d'un temps donné. Pour l'acier X20CrMoV 12.1, la résistance au fluage est :

$$\sigma = 59 \text{ MPa} \quad \text{durant } 10^5 \text{ h à } 550^\circ\text{C} \quad [9],$$

résistance qui sera prise comme référence.

C'est donc un acier que l'on va retrouver essentiellement dans les usines génératrices de puissance comme constituant des turbines au niveau des aubes, des enveloppes, de la boulonnerie, des rotors, où il est nécessaire d'allier à haute température (au moins 550°C) une bonne ténacité et une bonne ductilité à une contrainte la plus élevée possible. Notons que ces composants sont soumis à des efforts de fatigue mais cet aspect n'a été que très rarement pris en considération. Dans ces aciers, on essaye d'avoir le minimum d'éléments d'alliage onéreux, comme Ni, Mo, V, pour avoir des aciers à bas prix.

Depuis plus de trente ans la nuance X20CrMo 12.1 ne cesse d'être améliorée pour tenter d'obtenir un acier ayant une bonne soudabilité à moindre coût et une résistance au fluage de plus en plus élevée. L'amélioration de la résistance au fluage est nécessaire afin d'augmenter le rendement énergétique des turbines et passe donc par une augmentation de la température ainsi que de la contrainte admissible. Très longtemps, cette température fut limitée à 550°C de par la résistance des matériaux et notamment celle de l'acier X20CrMoV 12.1, qui était cependant le matériau le plus adapté.

L'augmentation de la température de service aurait pu passer par l'utilisation d'aciers inoxydables austénitiques, qui sont des aciers très

résistants à haute température. Malheureusement ces aciers présentent des limitations importantes pour l'utilisation dans les turbines. Tout d'abord, ils présentent un coefficient de dilatation élevé (figure I-5 a)) et une faible conductibilité thermique (figure I-5 b)) comparés aux aciers martensitiques et ferritiques. Les aciers austénitiques vont donc être plus sensibles que les aciers martensitiques à la fatigue thermique. De plus, les aciers austénitiques possèdent souvent dans leur composition des éléments d'alliage onéreux comme le nickel.

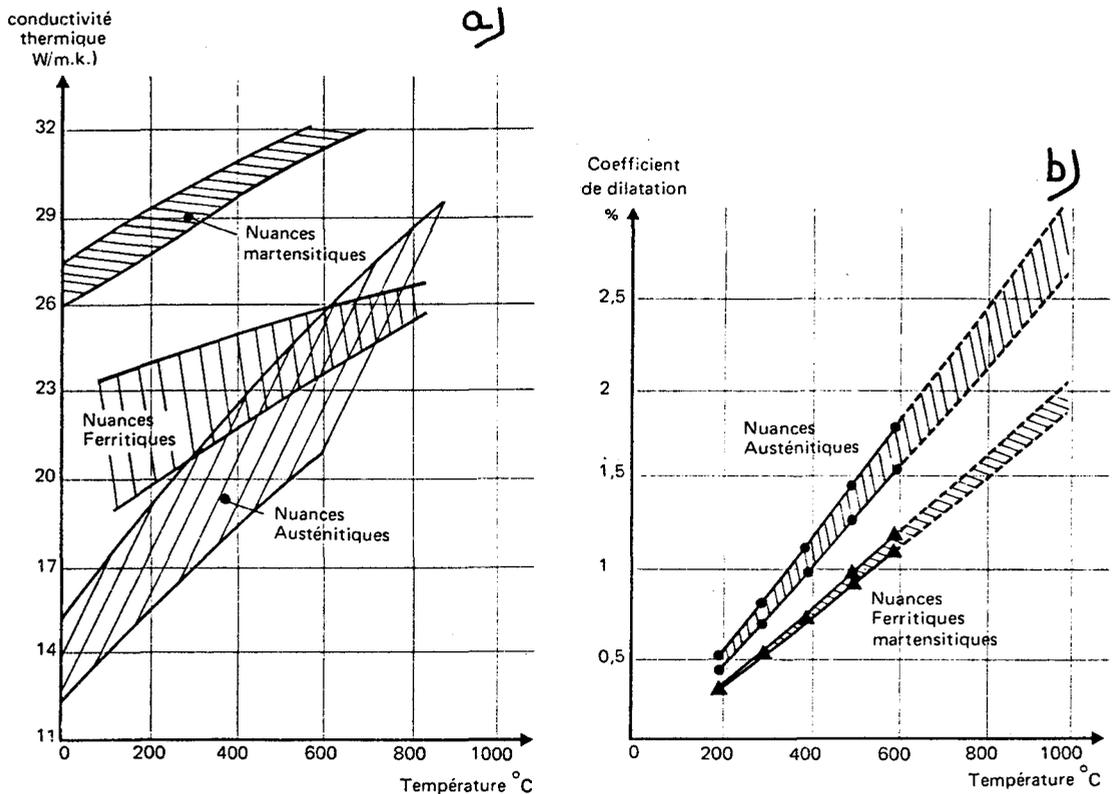


Figure I-5 : a) coefficient de dilatation et b) conductivité thermique pour les trois grandes familles d'aciers inoxydables [10]
a) coefficient of expansion and b) thermal conductivity for the three main stainless steel families [10]

C'est donc plutôt la voie de l'amélioration de la nuance de base martensitique X20CrMoV 12.1 qui a été choisie afin d'obtenir des matériaux pouvant travailler à des températures supérieures à 600°C et possédant une résistance au fluage d'au moins :

$$\sigma = 100 \text{ MPa durant } 10^5 \text{ h à } 600^\circ\text{C} \quad [9].$$

L'amélioration de la résistance au fluage de ces aciers est obtenue en agissant essentiellement sur la précipitation. Des précipités, nombreux et répartis de façon homogène dans toute la matrice, stables dans le temps et à haute température, qui interagissent avec les dislocations et les joints de sous-grains, sont recherchés. La présence d'éléments carburigènes comme Mo, W, V et Nb sont donc indispensables. Mais ces éléments étant α -gènes, il faut introduire des éléments γ -gènes pour éviter la formation de ferrite δ .

On peut donc remarquer quelle importance va avoir dans les aciers à 12% Cr la combinaison des éléments d'alliage ainsi qu'un traitement thermique adapté. C'est pourquoi depuis la fin des années 1950, la nuance X20CrMoV 12.1 a vu sa composition chimique évoluer : modifications des teneurs en Cr, C, Mo et V, introduction de W, Ni, Nb et B. Puis, peu à peu, on s'est intéressé aux effets que pouvait induire l'introduction d'azote dans de tels aciers. Il existe à l'heure actuelle plus d'une centaine de variétés d'aciers martensitiques de type 12% Cr.

I-1-2 Evolution de la nuance X20CrMoV 12.1

I-1-2-1 Années 1960: optimisation des teneurs en Mo et Nb

C'est au début des années 1960 que commencent de nombreuses études sur les 12% Cr contenant 0.1% C (bonne soudabilité). Au cours de ces années, il est apparu qu'une teneur massique de 1.5% Mo est optimale. Augmenter la teneur de base de 1% Mo permet d'augmenter la température de passage dans le domaine austénitique et donc d'améliorer la tenue au revenu. Jusqu'à 1.5% Mo, la ténacité se trouve améliorée, mais au-delà de cette teneur, la ténacité est altérée [8].

Les résultats ont montré que la teneur massique optimale en vanadium est de 0.3%. Pour cette teneur, le vanadium a peu d'influence sur la ténacité. Au-delà, le vanadium encourage la formation de ferrite et provoque une dégradation de la ténacité [8].

Une teneur massique de 2% Ni est ajoutée pour éviter la formation de ferrite. Mais cet élément est néfaste pour la résistance à chaud à long terme car il provoque un grossissement rapide des précipités M_2X , ce qui entraîne une chute de la ténacité [9]. Cet élément provoque également une diminution de A_{c1} ce qui impose des températures de revenu inférieures à 700°C.

Au cours de cette même décennie, la France développe une nuance X10CrMoVNb 9.2 (EM 12) contenant assez peu de carbone et de l'azote à l'état de trace, ce qui confère à l'acier une bonne soudabilité. Un abaissement du pourcentage de chrome en raison de teneurs élevées en Mo et Nb n'empêche pas la présence de 20 à 40% de ferrite δ , préjudiciable pour la ténacité et le façonnage à haute température [9]. Le niobium, comme le titane, forme des carbures et des carbonitrides très stables. Sa présence, même en très faible quantité, impose une augmentation de la température d'austénitisation pour avoir une dissolution des précipités primaires Nb(C,N) formés lors de l'élaboration et permettre l'intensification des phénomènes de précipitation lors du revenu. Ces précipités primaires très stables permettent aussi d'éviter une croissance exagérée des grains austénitiques lors de l'austénitisation [9]. Avec cette nuance on atteint une résistance au fluage de:

$\sigma=80\text{MPa}$ durant 10^5h à 600°C [9].

Un gain en contrainte et température par rapport à la nuance X20CrMoV 12.1 est obtenu.

1-1-2-2 Années 1970 : effets bénéfiques des phases de Laves

Au début des années 1970 en Allemagne, la nuance X10CrW 10.2 qui est exempte de ferrite δ présente une bonne soudabilité (0.1%C). Cette nuance est basée sur les propriétés positives de la phase de Laves Fe_2W qui est stable dans le temps [9] (comportement comparable à Fe_2Mo). Dans la même lignée, on retrouve à la fin des années 1970 au Japon une variante avec 0.06%C, 10%Cr et 2%Mo [9,11]. Dans cette nuance contenant de la ferrite δ , il y a formation de phase de Laves Fe_2Mo , dont la formation est accélérée par la présence de vanadium. La tenue au fluage de cette nuance a été estimée à :

$\sigma=90\text{MPa}$ durant 10^5h à 600°C [9].

1-1-2-3 Années 1980

— > Nuance japonaise X14CrMoVNbN au tungstène

Au début des années 1987, le Japon a mis en service une nuance X14CrMoVNbN (0.14%C, 12%Cr, 1.5%Mo, 0.17%V, 0.056%Nb, 0.045%N) dont le domaine d'application est les rotors. Cette gamme sans ferrite δ présente de bonnes propriétés en fluage grâce à la présence de molybdène qui empêche la coalescence des carbonitrides $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ [9,11], ainsi qu'à des teneurs optimales en carbone et en azote et à un matériau pur et homogène. On atteint alors :

$\sigma=124\text{MPa}$ durant 10^5h à 600°C [9].

Dans la nuance japonaise X14CrMoVNbN est alors introduit du tungstène, qui, par sa grande stabilité thermique, est plus apte que le molybdène à durcir la matrice par de très fins précipités. Cela aboutit à la nuance X14CrWVNb 10.2 contenant 0.14%C, 10%Cr, 2%W, 0.3%Mo,

0.17%V, 0.05%Nb, 0.05%N, auquel on applique un traitement thermique optimal: température d'austénitisation de 1050°C et température de revenu de 680°C. La tenue au fluage obtenue est de :

$$\sigma = 100 \text{MPa} \text{ durant } 10^5 \text{h à } 625^\circ\text{C} \quad [9].$$

On est passé maintenant à une température supérieure à 600°C permettant d'augmenter de façon notable la température d'admission de la vapeur.

— > Aciers fortement alliés à l'azote

L'amélioration de la nuance de base X20CrMoV 12.1 est également passée au cours des années 1980 par le remplacement partiel ou total du carbone par de l'azote pour arriver à la résistance au fluage exigée. L'obtention d'aciers martensitiques de type 12%Cr à l'azote et leur résistance au fluage seront largement détaillées dans le prochain paragraphe.

— > Super 9 % Cr

Au début des années 1980, les Etats-Unis développent une gamme d'aciers "super 9%Cr" (0.1%C, 0.2%V, 0.08%Nb, 0.05%N), qui rappelle la nuance française (EM12). La grande différence est que la nuance américaine ne contient pas de ferrite δ . La présence de niobium va provoquer une intensification des phénomènes de précipitation lors du revenu. La résistance annoncée est de:

$$\sigma = 80 \text{MPa} \text{ durant } 10^5 \text{h à } 600^\circ\text{C} \quad [9].$$

— > 9%Cr au tungstène pour enceintes de réacteurs nucléaires

Il est intéressant de signaler que les années 1980 ont vu également le développement d'aciers martensitiques type 12% Cr et 9% Cr ainsi que des ferritiques type 2.25% Cr en remplacement de l'acier austénitique 316 L pour des applications au niveau des premiers murs d'enceinte et des structures de couverture des réacteurs nucléaires.

L'avantage primordial des aciers martensitiques et ferritiques par rapport aux aciers austénitiques pour ce genre d'application est leur résistance au gonflement (swelling) en plus de bonnes propriétés mécaniques. Les aciers de type Cr-Mo ont été considérés étant donné leur excellente tenue en fluage à haute température (au moins jusqu'à 600°C). Mais il s'est avéré que le molybdène et le niobium, éléments d'alliage importants dans les nuances de type Cr-Mo, étaient particulièrement sensibles à l'irradiation neutronique sous l'action de laquelle ils évoluent en des nuclides radioactifs [12-14]. Les éléments d'alliage pouvant être utilisés dans un acier de radioactivation réduite sont : C, Cr, W, V, Ta, Ti, Mn et Si [12,13].

Depuis quelques années, il est apparu que les aciers martensitiques de type Cr-W, notamment la nuance 9Cr-3W-0.2V-0.1Ta-0.005B-0.15C, semblent les plus prometteurs en remplacement des Cr-Mo pour des applications dans le domaine du nucléaire, étant donné leurs excellentes résistances au fluage à haute température et ténacité. Cet acier présente une excellente résistance au fluage :

$$\sigma = 198 \text{ MPa durant } 10^3 \text{ h à } 600^\circ\text{C}$$

ainsi qu'une bonne ténacité ce qui le rend très prometteur pour des applications au-dessus de 500°C en tant que composant direct des réacteurs nucléaires [14].

I-2 POURQUOI DES ACIERS INOXYDABLES MARTENSITIQUES DE TYPE 12% Cr A L'AZOTE ?

I-2-1 Les atouts de l'azote

I-2-1-1 Ancienne image de l'azote

L'azote a été longtemps considéré comme un élément d'alliage nuisible au même titre que certains éléments résiduels indésirables comme le soufre, le phosphore, l'hydrogène et l'oxygène qui dégradent en général les propriétés mécaniques de l'acier. Introduit lors du soufflage à l'air de l'acier, l'azote est ensuite éliminé dans l'acierie à l'oxygène.

Cette mauvaise image lui vient de sa faible solubilité dans le fer et ses alliages. Etant en général plus soluble dans la phase liquide que dans la phase solide, comme le montre la figure I-6, :

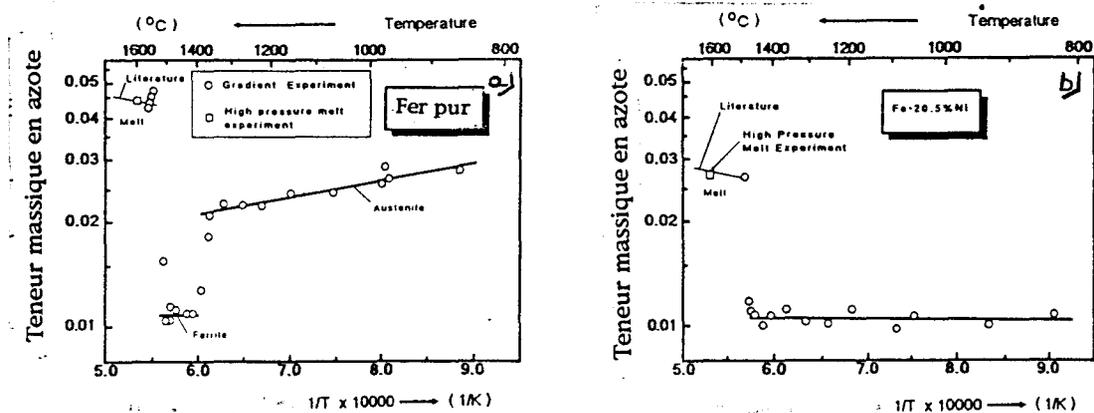


Figure I-6 : Solubilité de l'azote dans : a) le fer pur; b) Fe-20.5%Ni à 0.1 MPa [15]

Nitrogen solubility in : a) pure iron; b) Fe-20.5%Ni under 0.1 MPa [15]

lors de la solidification de l'acier apparaît une très forte différence entre les potentiels chimiques de l'azote dans l'acier et dans le milieu extérieur environnant :

$$\mu_{\text{acier}} > \mu_{\text{ext}}$$

Si la pression partielle en azote au-dessus de l'acier n'est pas suffisamment élevée, il se produit alors des phénomènes de dénitruration, d'inhomogénéité de concentration en azote dans l'acier et dans le pire des cas la formation de pores. Tous ces phénomènes entraînent la dégradation des propriétés mécaniques de l'acier.

En solution solide dans l'acier, l'azote peut également induire des effets néfastes. La présence d'azote peut provoquer des phénomènes de vieillissement dynamique nuisibles pour la mise en forme de certains matériaux. Lors du soudage, la présence d'azote peut aussi être néfaste pour la ténacité du métal soudé et de la zone affectée par la chaleur (ZAC) [16].

Mais si l'acier, par l'action de certains éléments d'alliage ou de la pression partielle en azote, présente une plus grande solubilité en azote et contient des nitrures adéquats, formés lors de traitements thermiques, les effets de l'azote peuvent être différents et même bénéfiques.

1-2-1-2 Effets bénéfiques de l'azote dans les aciers austénitiques

Depuis de nombreuses années maintenant, l'azote est utilisé pour améliorer les propriétés de surface des aciers et durant la deuxième guerre mondiale, étant donné sa forte action γ -gène et son faible coût, il était utilisé comme substitut du nickel dans la production des aciers inoxydables. Après la seconde guerre mondiale, on s'est alors fortement attaché à la compréhension des mécanismes de durcissement provoqué par l'azote en solution solide et sous forme de nitrures [17].

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, où la solubilité de l'azote peut être assez élevée, l'azote provoque une très forte augmentation des niveaux de contrainte, ceci sans perte de ténacité tant qu'il n'y a pas de précipitation. En plus, l'azote améliore la résistance à la corrosion. Il est tout à fait remarquable que toutes ces améliorations apparaissent simultanément [17].

L'effet de l'azote sur l'amélioration des propriétés mécaniques des aciers austénitiques revêt deux formes. L'azote peut se trouver sous

forme non-combinée en tant qu'élément interstitiel dans la solution solide cubique à faces centrées de l'austénite ainsi que sous forme combinée dans les nitrures.

Il est bien connu que l'azote est l'élément d'alliage le plus efficace pour produire un durcissement en solution solide dans les aciers inoxydables austénitiques, comme le montre la figure I-7 :

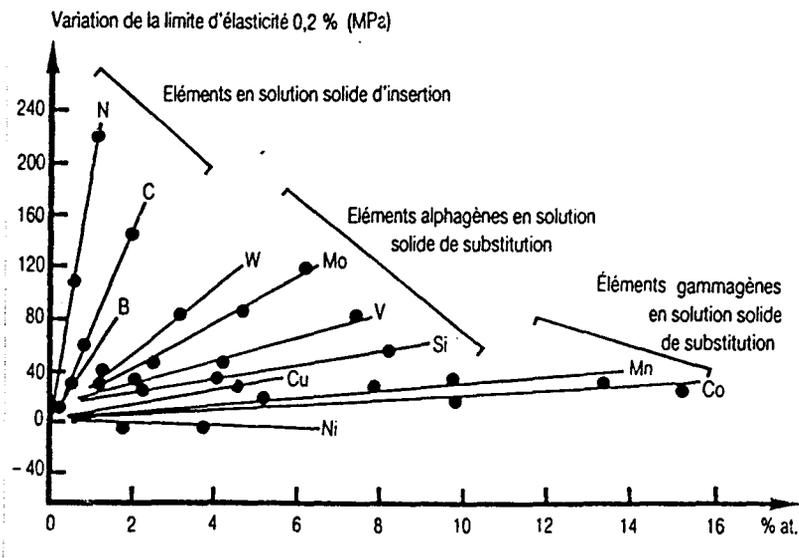


Figure I-7 : Effet des éléments d'alliage sur le durcissement par solution solide de l'austénite [18]

Effect of alloying elements on the solid solution hardening of the austenite [18]

L'azote dissous provoque une augmentation marquée des propriétés de traction, surtout sur la charge à rupture. L'augmentation des niveaux de contrainte est attribuable aux très fortes interactions élastiques dislocations-interstitiels azote. Les limites élastiques atteintes dans les aciers austénitiques à l'azote sont très élevées et associées à une bonne résilience, comme le montre le tableau de valeurs I-8.

	316 L(0.033% N pds)	316 LN(0.235% N pds)
Rp0.2% (MPa)	255	330
KCV (J/cm ²)	295	320

Tableau I-8 : Quelques valeurs de limite d'élasticité et de résilience à 300 K dans des aciers austénitiques avec et sans azote [19]

Some values of yield strength and toughness of austenitic steels at 300 K with and without nitrogen [19]

L'azote en élément interstitiel provoque aussi une amélioration de la résistance à la fatigue dans les aciers inoxydables austénitiques. Dans des aciers de type 316L, l'azote en élément interstitiel provoque un glissement planaire qui est plus attribuable à un effet de l'ordre à courte distance plutôt qu'à une diminution de l'énergie de faute d'empilement [19].

L'introduction d'azote dans les aciers austénitiques induit une modification de la nature de la précipitation. En effet, en présence d'azote, la précipitation des carbures $M_{23}C_6$, carbures prédominants dans les aciers austénitiques, est retardée à cause de la précipitation simultanée des nitrures Cr_2N . De plus, l'azote est peu soluble dans les carbures $M_{23}C_6$ [20].

Le retardement par l'azote de la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ va être bénéfique pour la résistance à la corrosion des aciers austénitiques car l'effet de déchromatisation intergranulaire provoqué par la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ est atténué. La précipitation de Cr_2N ne semble pas provoquer de sensibilisation à la corrosion intergranulaire. Mais il peut arriver que la présence d'azote encourage la corrosion intergranulaire si l'azote ségrège aux joints de grains en tant qu'impureté. Cette ségrégation peut être accentuée par le fait que la précipitation de $M_{23}C_6$ rejette l'azote à l'interface matrice /précipité car l'azote est très peu soluble dans la phase $M_{23}C_6$ [20]. De plus, la présence d'azote élargit le domaine passif et augmente le potentiel de piqûration [20].

La taille et la stabilité des précipités se trouvent modifiées en présence d'azote. En effet, l'azote occupe dans les aciers et les nitrures des métaux de transition voisins du fer un site commun, soit le site

octaédrique. En ce qui concerne le carbone, cet atome peut occuper soit un site octaédrique soit un site tétraédrique, comme c'est le cas dans la cémentite. Une meilleure compatibilité structurale entre la matrice et les nitrures entraîne une plus grande cohérence des nitrures par rapport aux carbures [21]. L'énergie interfaciale nitrure/matrice est inférieure à celle carbure/matrice. La résultante est la précipitation de nitrures beaucoup plus fins par rapport aux carbures et le retardement au vieillissement, à la coalescence des nitrures [22].

L'obtention d'une précipitation plus fine et plus stable dans les aciers austénitiques en présence d'azote va engendrer une forte amélioration de la résistance au fluage de ces aciers.

I-2-1-3 L'azote dans les nuances martensitiques

Au cours de l'évolution des aciers de type 12% Cr, l'azote est apparu comme un élément bénéfique pour de faibles teneurs (inférieures à 0.1% en poids) en provoquant une amélioration sensible des propriétés de fluage et de la ténacité. Ces améliorations étaient dues à un raffinement de la microstructure et de la précipitation. Ces effets ont été notamment observés dans les nuances française EM 12 et japonaise X14CrMoVNbN.

Les bienfaits de l'azote sur les propriétés de fluage dans les aciers austénitiques pour des teneurs élevées et dans les aciers martensitiques 12% Cr pour des teneurs relativement faibles ont amené des industriels allemands à concevoir des aciers martensitiques 12% Cr contenant de fortes teneurs en azote pour renforcer la résistance au fluage de ces aciers, résistance qui est primordiale étant donné leur principal domaine d'application que constituent les aubes de turbine. Autant l'introduction de carbone dans les aciers est aisée, autant celle de l'azote est difficile de par sa faible solubilité. L'élaboration d'aciers à forte teneur en azote va donc exiger des techniques sophistiquées. De plus la solubilité limite naturelle de l'azote dans les structures cubiques centrées est bien inférieure à celles dans les structures cubiques à faces centrées. C'est pour cette raison que les nuances austénitiques à l'azote sont bien plus nombreuses que les nuances martensitiques à l'azote.

I-2-2 Introduction de fortes teneurs en azote dans les aciers inoxydables martensitiques de type 12%Cr

I-2-2-1 Introduction tardive de l'azote en grande quantité dans les aciers

Le carbone et l'azote sont deux éléments qui présentent des similitudes. Ces deux éléments se suivent dans la classification périodique. Ils possèdent de petits rayons atomiques leur permettant de s'insérer en site interstitiel dans les solutions solides du fer. En solution solide, ils stabilisent très fortement la structure austénitique avec un effet plus marqué pour l'azote et ils donnent lieu à des réactions de précipitation avec les éléments métalliques.

Mais l'examen du tableau I-9 ci-dessous met en évidence les différences de solubilité de ces deux éléments interstitiels dans différentes phases :

	Température (°C)	Solubilité	
		Poids%	at.%
Cdans le Fer- γ	1150	2.04	8.8
	723	0.80	3.6
C dans le Fer- α	723	0.02	0.095
	20	<0.00005	<0.00012
N dans le fer- γ	650	2.8	10.3
	590	2.35	8.75
N dans le fer- α	590	0.10	0.40
	20	<0.0001	<0.0004

Tableau I-9 : Solubilités du carbone et de l'azote dans différentes phases [23]

Carbon and nitrogen solubilities in some phases [23]

L'introduction du carbone et de l'azote ne peut se faire par les mêmes procédés. Les technologies qui vont permettre d'élaborer des aciers dits "à l'azote" doivent augmenter la solubilité de l'azote dans l'acier. Nous allons donc voir comment il est possible d'augmenter la solubilité de

l'azote dans les aciers, puis nous nous intéresserons aux techniques d'élaboration proprement dites.

I-2-2-2 Augmentation de la solubilité de l'azote

Il y a deux possibilités pour augmenter la solubilité de l'azote dans le métal fondu :

— > Addition d'éléments d'alliage

L'ajout d'éléments d'alliage tels que Zr, Ti, Nb, V, Cr, Ta, Mn, Mo et W, éléments placés à gauche du fer dans la classification périodique, permet d'augmenter plus ou moins fortement la solubilité de l'azote dans le métal fondu, comme le montre les figures I-10 et I-11 :

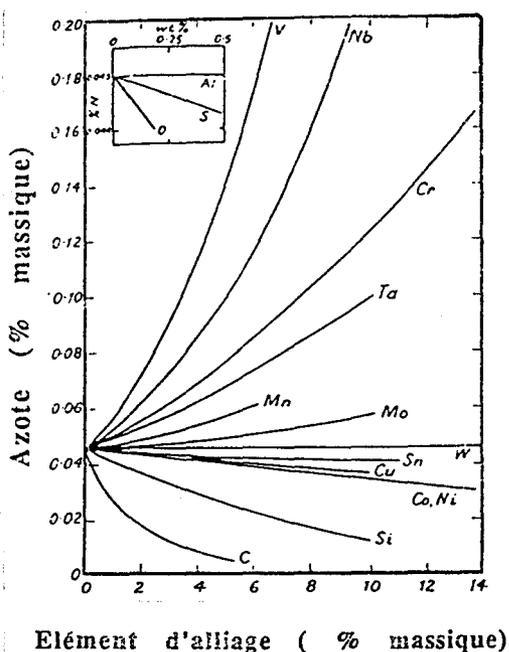


Figure I-10 : Influence des éléments d'alliage sur la solubilité de l'azote dans le fer liquide à 1600°C sous 0.1 MPa [24]
Influence of alloying elements on the nitrogen solubility in liquid iron at 1600°C under 0.1 MPa [24]

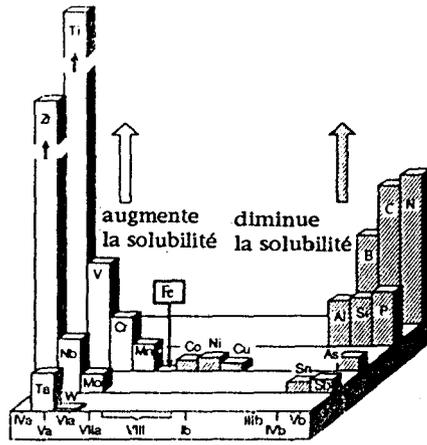


Figure I-11 : Influence des éléments d'alliage sur la solubilité de l'azote suivant leur position dans la classification périodique [17]
Influence of alloying elements on nitrogen solubility according to their position in the periodic [17]

Mais les éléments favorisant très fortement l'introduction de l'azote dans le métal fondu vont être des éléments ayant une très forte affinité pour l'azote. Pour de faibles pourcentages massiques en éléments d'alliage tels que Zr, Ti, Nb, V, l'azote va très rapidement précipiter avec ces éléments sous forme de nitrures métalliques très stables :

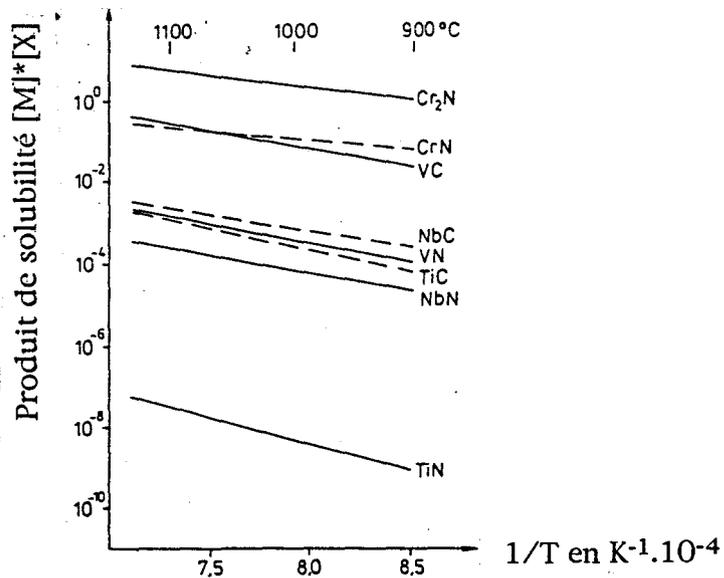


Figure I-12 : Produit de solubilité de nitrures et de carbures dans l'austénite suivant la température d'austénitisation [9]
Solubility product of nitrides and carbides versus austenitizing temperature [9]

Cette précipitation provoque une chute de la teneur en azote dissous dans l'alliage Fe-X liquide, comme le montre bien la figure I-13 ci-dessous :

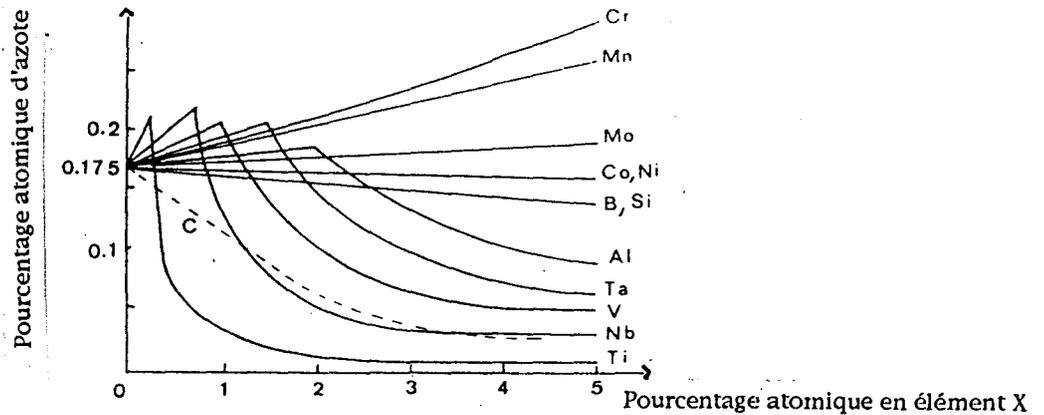


Figure I-13 : Solubilité de l'azote dans les alliages fer-métal à 1600°C sous 1 atm [25]

Nitrogen solubility in Fe-X alloys at 1600°C under 0.1MPa [25]

La figure I-14 ci-dessous met bien en évidence les effets compétitifs augmentation de la solubilité de l'azote-précipitation de nitrures pour différents éléments d'alliage dans le fer :

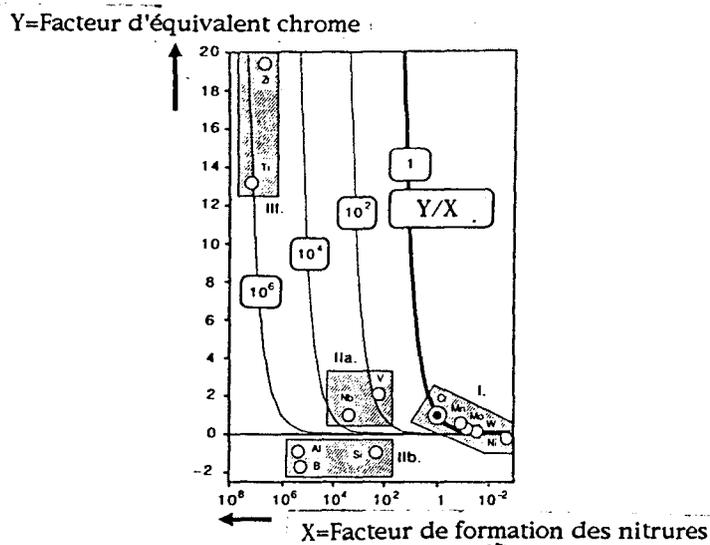


Figure I-14 : Influence d'un élément d'alliage sur la solubilité de l'azote dans le fer et sur sa tendance à former des nitrures [17]

Influence of an element on nitrogen solubility in iron versus its nitride forming tendency in comparison with chromium [17]

Au regard des figures I-13 et I-14, il apparaît nettement que le chrome et le manganèse sont les éléments les plus efficaces pour augmenter sensiblement la solubilité de l'azote dans le métal fondu sans apparition de nitrures. L'addition de ces éléments permet d'augmenter la solubilité de l'azote non seulement dans le métal fondu mais aussi dans les phases à l'état solide. La figure I-15 montre en particulier les effets du chrome sur la solubilité de l'azote sur les différentes phases pour différents alliages Fe-Cr :

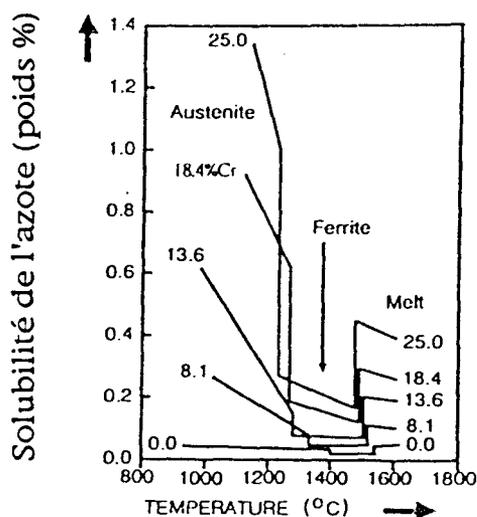


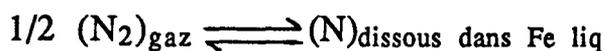
Figure I-15 : Solubilité de l'azote dans quatre alliages Fe-Cr sous $P_{N_2}=0.1$ MPa [17]

Nitrogen solubility of four Fe-Cr alloys at $P_{N_2}=0.1$ MPa [17]

Par contre des éléments tels que C, Si, Co, Ni, Cu, et Sn ne favorisent pas l'introduction de l'azote.

— > Augmentation de la pression partielle en azote

On peut également agir sur la pression partielle d'azote, P_{N_2} , au-dessus du métal fondu pour augmenter la teneur en azote dans le métal fondu, (N%), car il existe une dépendance entre P_{N_2} et (N%). Considérons le fer pur à l'état liquide. La réaction d'absorption de l'azote par le métal liquide peut s'écrire sous la forme :



dont la constante d'équilibre est : $K = \frac{a_n}{(P_{N_2})^{1/2}} = \frac{(N\%)}{(P_{N_2})^{1/2}}$

ce qui équivaut à $(N\%) = K (P_{N_2})^{1/2}$: loi de Sievert.

Donc si on augmente P_{N_2} , la solubilité de l'azote dissous dans le fer pur liquide augmente. La loi de Sievert fut établie à l'origine pour des domaines de pression de 0 à 1 bar.

Mais il est apparu que cette loi peut s'appliquer pour des pressions bien plus élevées, comme le montre la droite obtenue pour le fer sur la figure I-16 :

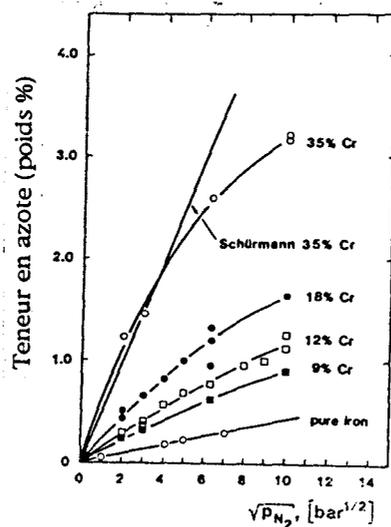


Figure I-16 : Solubilité de l'azote dans le fer pur liquide et dans des alliages Fe-Cr liquides à 1600°C en fonction de P_{N_2} [15]

Nitrogen solubility in liquid iron and in liquid Fe-Cr alloys at 1600°C versus P_{N_2} [15]

L'étude de la solubilité de l'azote dans les alliages de fer est bien plus intéressante pour les acieristes que dans le cas du fer pur. Mais dans le cas d'alliages, il est nécessaire d'introduire des paramètres d'interaction. Ainsi la solubilité de l'azote dans un alliage de fer devient:

$$(N\%)_{\text{alliage}, P_{N_2}, T} = (N\%)_{\text{Fe pur}, P_{N_2}, T} / f_N$$

avec f_N le coefficient d'activité de l'azote. Si on considère un alliage à plusieurs éléments dans le solvant fer, $\log f_N$ se met sous la forme d'un développement limité :

$$\begin{aligned} \log f_N &= (N\%) e_N^{(N)} + \sum_{(j)} (j\%) e_N^{(j)} \\ &+ \dots + \sum_{(j)} 1/2 (\%j)^2 e_N^{(j,j)} \\ &+ \dots + \sum_{(i)} \sum_{(j), j \neq i} (i\%) (j\%) e_N^{(i,j)} \end{aligned}$$

qu'on limite dans la plupart des cas aux termes du premier ordre [25]. $e_N^{(N)}$ représente le paramètre d'auto-interaction de l'azote. Pour de faibles teneurs en azote dissous, on peut se placer dans le cas d'une dilution infinie et $e_N^{(N)} = 0$.

$e_N^{(j)}$ donne l'influence d'un élément d'alliage j sur le coefficient d'activité de l'azote. Un paramètre d'interaction négatif implique une interaction attractive entre l'azote et l'élément j , et donc une augmentation de la solubilité de l'azote [25].

Ainsi sur la figure I-16, quand le pourcentage en chrome augmente, et également quand P_{N_2} augmente, P_{N_2} agissant sur le potentiel chimique de l'azote, on observe un écart marqué par rapport à la loi de Sievert.

La combinaison des deux voies, ajout de certains éléments d'alliage et augmentation de la pression partielle en azote, permet d'augmenter très fortement la solubilité de l'azote dans les alliages de fer.

I-2-2-3 Elaboration d'aciers à forte teneur en azote

La figure I-17 présente les différentes méthodes d'élaboration d'aciers à forte teneur en azote et il existe deux voies pour élaborer ces aciers : la nitruration à l'état liquide et la nitruration à l'état solide.

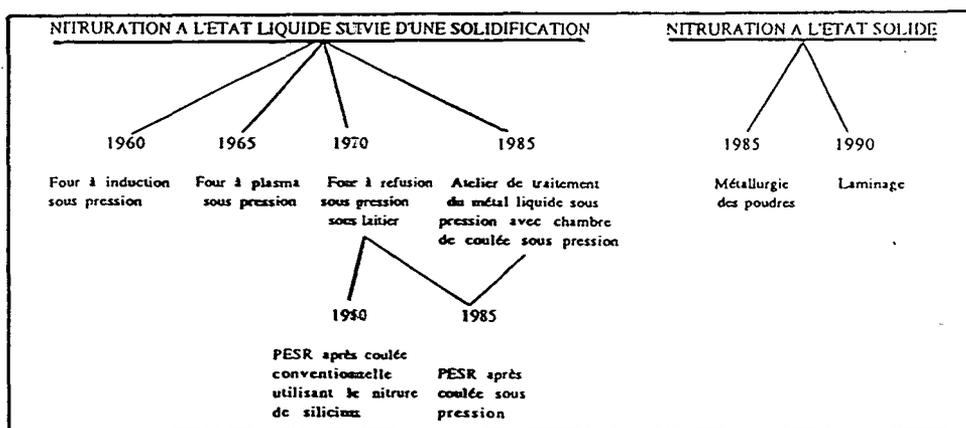


Figure I-17 : Les différentes méthodes d'élaboration d'aciers à l'azote [26]

Different ways to elaborate nitrogen steels [26]

Les aciers que nous avons étudiés ayant été élaborés à partir de la nitruration à l'état liquide, nous décrirons donc plus largement cette voie d'élaboration.

Dès les années 1960, on utilise l'idée d'agir sur la pression partielle d'azote pour introduire de fortes teneurs en azote dans les aciers austénitiques en concevant des fours sous pression. Les premiers fours permettant cette nitruration massive à l'état liquide sont les fours à induction sous pression, dans lesquels l'azote est absorbé dans le métal directement à partir de la phase gaz et le transfert de l'azote dépend directement de la pression partielle d'azote. Les résultats obtenus sont encourageants mais ces fours présentent des risques dans le maintien de larges quantités de métal liquide sursaturées en azote. C'est pour cette raison que ce genre de four n'a jamais été étendu pour la fabrication de lingots de plus de 100 kg. Comme pour les fours à induction, les fours à plasma sous pression développés en 1965, permettent l'introduction d'azote par la phase gaz, mais l'azote est ajouté au métal liquide sous forme atomique. L'inconvénient majeur de ces fours sont les inhomogénéités considérables obtenues dans les lingots [27].

En 1970, on utilise des fours à refusion sous laitier et sous pression connu sous le nom de procédé P.E.S.R. (Pressurized ElectroSlag Remelting). L'énorme avantage de ces fours est que la nitruration des lingots ne se fait plus à partir de la voie gaz mais à partir de la voie liquide que constitue le laitier liquide. Et il est plus facile de créer un flux d'azote de la source laitier liquide vers l'acier liquide que d'une source d'azote gazeux vers l'acier liquide pour des raisons de potentiel chimique.

La figure I-18 montre une représentation schématique d'une installation P.E.S.R.. Le four comprend une partie supérieure amovible et une partie inférieure fixe contenant un creuset en cuivre dans lequel sera placé le lingot à nitrurer. L'électrode amène à l'état liquide le lingot. Lors de la refusion, l'électrode est consommée. Sa composition chimique doit donc être soigneusement ajustée.

L'ensemble est refroidi par une circulation d'eau.

La pression partielle d'azote au-dessus du système, qui peut atteindre 42 bars, permet de maintenir l'azote introduit dans le métal fondu lors de la solidification. Sa valeur dépend de la composition chimique de l'alliage et conditionne la teneur voulue dans le lingot à nitrurer.

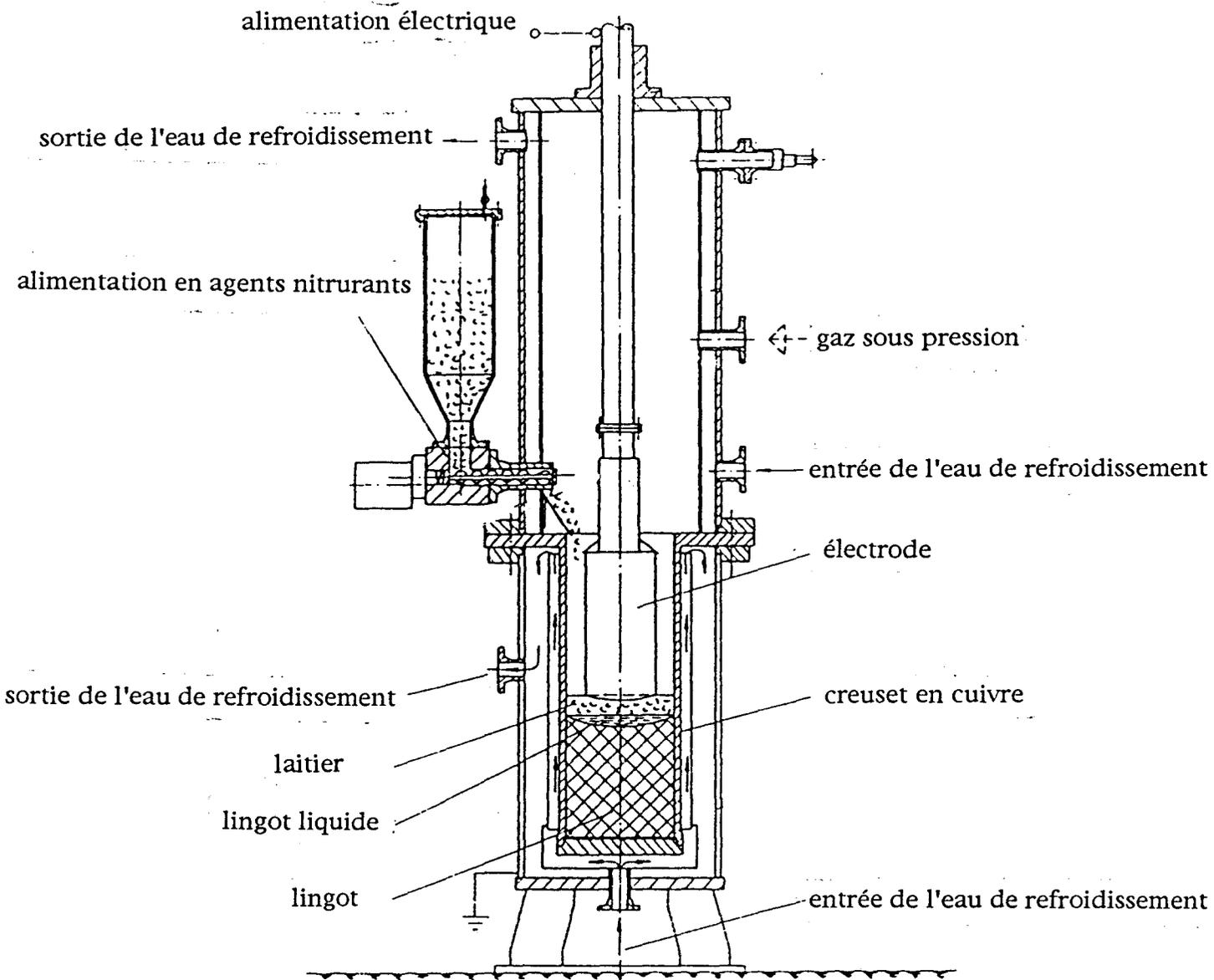


Figure I-18 : Installation P.E.S.R. [28]
 P.E.S.R. unity [28]

L'azote est ajouté soit en continu durant la refonte sous forme de granulés riches en azote, soit ajouté par l'intermédiaire de l'électrode consommable fortement alliée à l'azote. Il existe plusieurs sortes de granulés et les tableaux I-19 et I-20 font une description détaillée des principaux agents nitrurants :

Nitrided Ferro-alloys	N	Mn	Cr	Si max	C max	P max	S max	V
Nitrided FeMn	5	78	-	15	1	0.2	0.01	-
Nitrided (Mn) GIMEL' N	7	90	-	0.5	0.05	0.05	0.01	-
Nitrided FeCr	3.2	-	68	1	0.10	0.05	0.01	-
Nitrided FeV	12	-	-	0.5	0.5	0.05	0.01	70
Nitrided FeSi	30	-	-	50	0.3	0.01	0.02	-

Tableau I-19 : Composition chimique des principaux ferro-alliages nitrurants [24]

Typical chemical compositions of nitriding ferro-alloys [24]

Nitrided Ferro-alloys	Nitrides present	Specific gravity		Melting point Criteria of stability
		true	bulk	
Fe Mn N (Mn) N GIMEL' N	Mn ₃ N Mn ₃ N	3.9 4	2.2 2.3	The nitride Mn ₃ N is stable up to ca. 1000 °C
Fe Cr N	CrN · Cr ₂ N	7.4	3.5	Nitrogen content falls sharply if temp. rises
Fe V N	VN	4	2.2	VN melts at 2350 °C
Fe Si N	Si ₃ N ₄	3.5	ca. 2	Si ₃ N ₄ is stable up to 1400 °C in molten steel

Tableau I-20 : Nature des nitrures et propriétés physiques des principaux ferro-alliages riches en azote [24]

Nitride types and physical properties of nitrided ferro-alloys [24]

Les granulés de Si₃N₄ ont l'avantage d'être très fortement chargés en azote et présentent une grande stabilité thermique. Mais l'introduction d'azote dans le métal fondu s'accompagne de l'introduction de silicium, élément qui n'est pas toujours désirable dans les alliages.

Dans cette installation, le laitier a plusieurs rôles. Situé entre l'atmosphère gazeuse (argon+azote) et le lingot à nitrurer, il permet d'abord d'isoler le métal fondu de l'atmosphère gazeuse. C'est au niveau du laitier qu'a lieu la dissolution des nitrures sous forme de granulés solides puis ensuite s'opère un partage de l'azote entre le laitier et le métal liquide. La composition chimique du laitier va donc être déterminante et les deux principales compositions rencontrées pour le laitier sont d'après [27] :

$$\left\{ \begin{array}{l} 40\% \text{ CaF}_2 \\ 30\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \\ 30\% \text{ CaO} \end{array} \right.$$

et

$$\left\{ \begin{array}{l} 34\% \text{ CaF}_2 \\ 33\% \text{ Al}_2\text{O}_3 \\ 33\% \text{ CaO} \end{array} \right.$$

C'est au niveau du laitier à l'état liquide que doivent se dissocier les granulés riches en azote. Dans le cas de granulés de Si_3N_4 , l'azote dissocié est sous forme N_3^+ , espèce acide, d'où le besoin d'avoir un laitier basique en présence de CaO . Etant donné la grande stabilité thermique de CaO , il est nécessaire d'introduire un fondant ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{CaF}_2$). Le fluor permet aussi de capter l'azote de Si_3N_4 sous forme de NF_3 . Un autre rôle du laitier est de récupérer des éléments indésirables dans le métal, tels que le soufre et le phosphore.

Une fois l'azote dissocié au niveau du laitier, le processus de mise en solution de l'azote dans le métal fondu commence et est gouverné par :

- des réactions interfaciales
- des phénomènes de mélange
- la limitation de la solubilité de l'azote dans le métal fondu [24].

Le tableau I-21 ci-dessous présente les compositions chimiques de quelques aciers martensitiques et austénitiques élaborés par le procédé P.E.S.R..

<u>TYPE D'ACIER</u>	<u>C</u>	<u>N</u>	<u>Cr</u>	<u>Si</u>	<u>Mn</u>
12% Cr	0.21	-	11.3	0.24	0.60
12% Cr	0.08	0.12	11.8	0.20	0.64
12% Cr	0.01	0.29	11.4	0.48	0.45
12% Cr	0.02	0.39	10.9	0.62	0.46
Cr-Mn	0.04	0.90	19.0	0.45	19.0

Tableau I-21 : Teneurs en principaux éléments d'alliage de quelques aciers élaborés par le procédé P.E.S.R.

Mean alloying element contents of some steels elaborated by P.E.S.R. proceeding

La plus grande installation au monde de ce type a été mise en service en 1988 par l'industrie allemande Krupp. Elle a une capacité de 20 tonnes et permet de produire des lingots d'aciers austénitiques ainsi que d'aciers martensitiques et ferritiques dont le diamètre peut atteindre 1000 mm.

Le procédé P.E.S.R. présente malgré tout quelques inconvénients importants :

- coûts élevés : agents nitrurants chers
- présence de Si qui peut être inacceptable
- limitation dans la géométrie des produits à nitrurer.

Ces inconvénients peuvent être surmontés par une nitruration du métal liquide par une purge d'azote gazeux suivie d'une coulée sous pression :

- azote gazeux peu coûteux
- on élimine la présence de Si
- conception de produits nitrurés de différentes géométries.

La figure I-22 présente une schématisation de ce procédé.

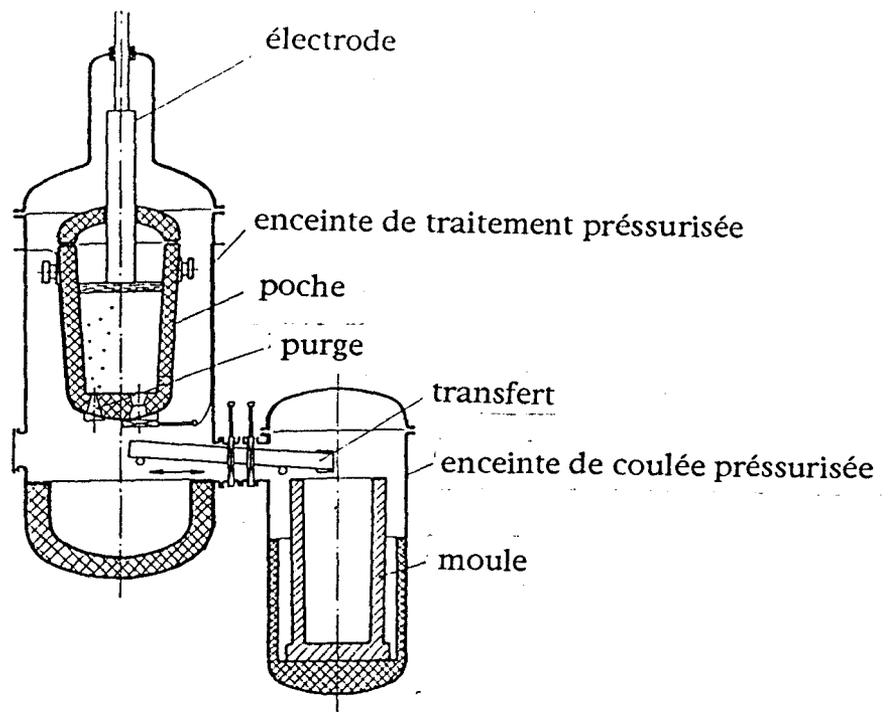


Figure I-22 : Schématisation d'une installation de nitruration sous pression par purge d'azote gazeux avec une enceinte de coulée sous pression [29]

Pressure-liquid metal treatment plant with pressure casting chamber [29]

Les premières nuances d'aciers martensitiques de type 12% Cr alliés à l'azote élaborées par le procédé P.E.S.R. contiennent des teneurs en azote pouvant atteindre 0.3% en poids [30,31].

L'introduction d'azote dans ces aciers a provoqué un net affinement de la microstructure. La taille des anciens grains austénitiques et des lattes s'est vue largement diminuée. Lors du revenu, de fins précipités de nature différente de ceux trouvés généralement dans les 12% Cr conventionnels au carbone ont été obtenus et répartis de façon homogène dans toute la matrice.

Ces évolutions microstructurales provoquées par l'introduction d'azote seront largement étudiées au cours du prochain chapitre.

Les propriétés de fluage des aciers martensitiques de type 12% Cr alliés à l'azote ont été largement étudiées par F. Krafft [9] dont les principaux résultats sont consignés dans les figures et tableaux suivants. Le tableau I-23 donne la composition chimique des aciers étudiés par [9].

Désignation acier	Symbol		C	N	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Nb	N/C
	sans T.M.	avec T.M.										
X 8+14 Nb	■		0,08	0,14	0,34	0,71	9,55	0,09	1,03	0,23	0,07	1,75
X 20+ 0	○	●	0,20	-	0,27	0,57	11,70	0,55	0,95	0,28	-	--
X 8+22	▲	△	0,08	0,22	0,02	0,50	11,67	0,60	0,80	0,25	-	2,75
X 8+20 Nb	■	▣	0,08	0,20	0,02	0,53	10,40	0,31	1,50	0,23	0,04	2,50

Figure I-23 : Composition chimique des aciers martensitiques de type 12% Cr étudiés par F. Krafft [9]

Chemical composition of 12% Cr martensitic steels studied by F. Krafft [9]

La figure I-24 a) présente les résultats d'essais de fluage iso-contrainte $\sigma=100$ MPa pour des températures d'essais comprises entre 650°C et 710°C. Il apparaît nettement que les aciers 12% Cr à l'azote présentent des temps à rupture bien supérieurs à ceux des aciers 12% Cr au carbone. Pour l'acier X8+20Nb, la résistance au fluage extrapolée à 600°C est de :

$\sigma=100$ MPa durant $2 \cdot 10^5$ h à 600°C.

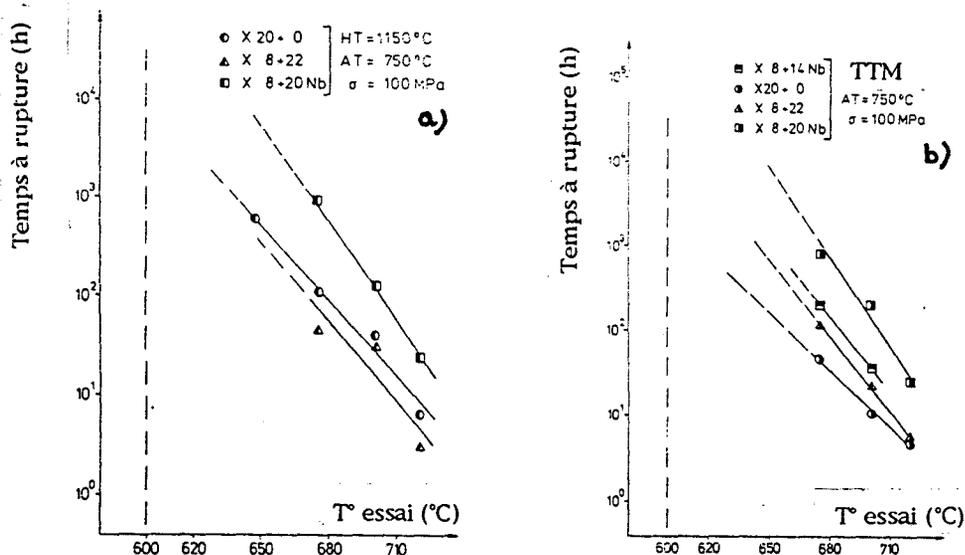


Figure I-24 : Courbes d'iso-fluage d'aciers 12% Cr pour différentes températures d'essai : a) sans T.T.M.; b) avec T.T.M. [9]

Iso-stress curves of 12%Cr steels at different test temperatures : a) without T.M.T. ; b) with T.M.T. [9]

Un traitement thermomécanique (T.T.M.) a été réalisé sur certaines nuances 12% Cr à l'azote selon le principe décrit sur la figure I-25 :

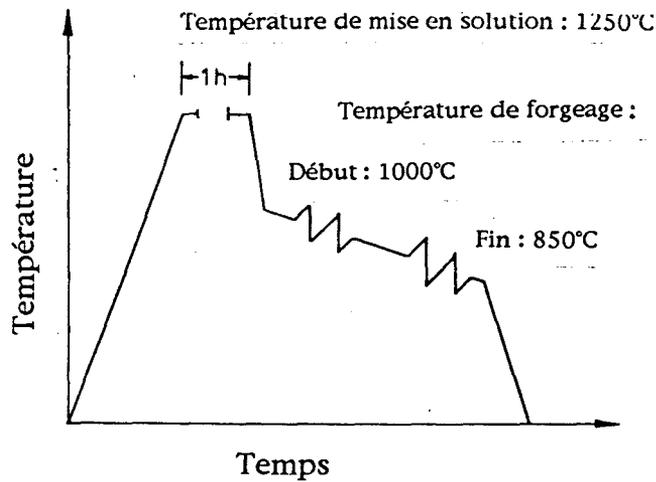


Figure I-25 : Description schématique du traitement thermomécanique [9]

Schematic illustration of the thermomechanical treatment [9]

Ce traitement thermomécanique réalisé depuis longtemps sur les aciers H.S.L.A. pour leur conférer une structure ferritique à grains fins a été transposé aux aciers 12% Cr à l'azote et permet d'améliorer assez fortement la résistance au fluage des ces aciers :

$$\sigma = 100 \text{ MPa durant } 5 \cdot 10^5 \text{ h à } 600^\circ\text{C}$$

qui correspond à la résistance au fluage obtenue pour l'acier X8+20Nb. Le traitement thermomécanique ne modifie pas la résistance au fluage des aciers 12%Cr au carbone.

La figure I-26 ci-dessous récapitule les principales évolutions des contraintes et des temps à rupture de fluage avec les années et la composition chimique.

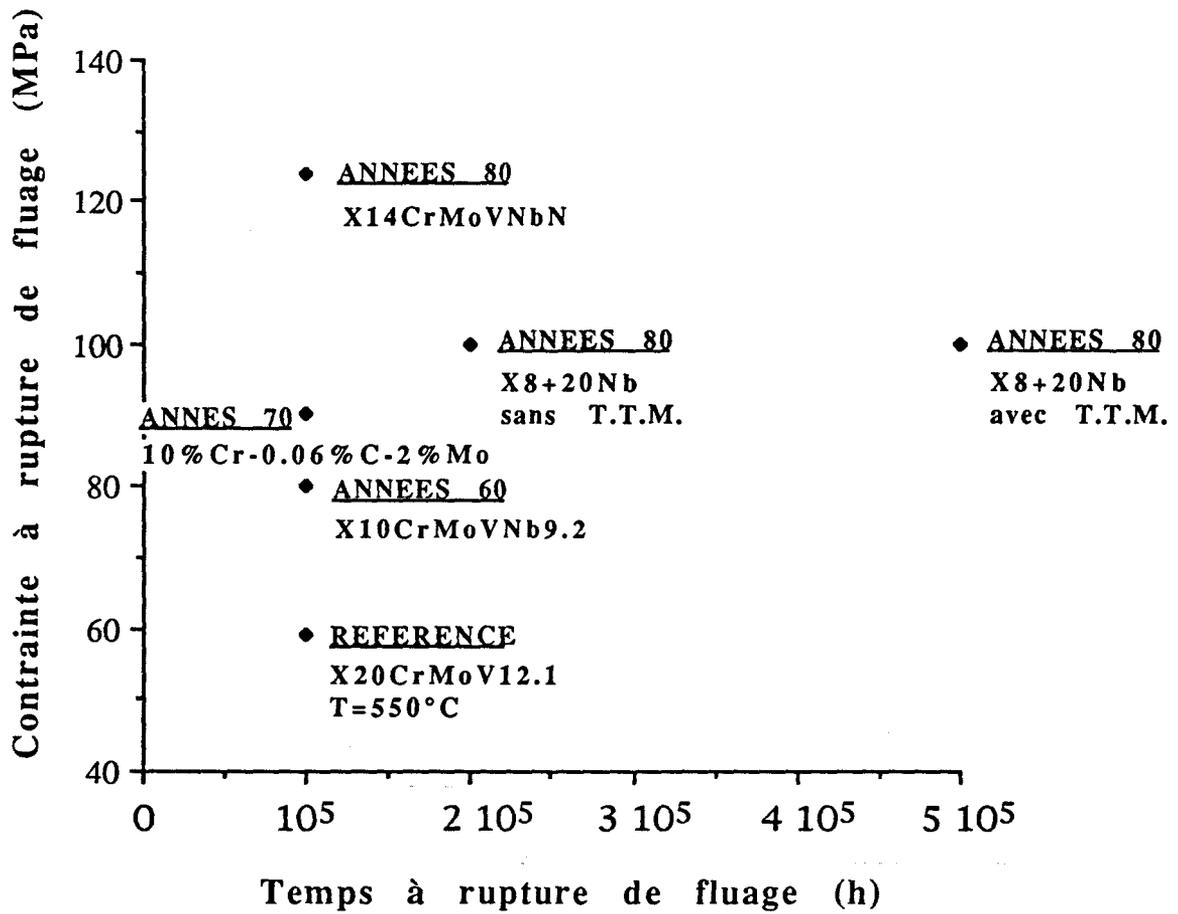


Figure I-26 : Evolution des contraintes et des temps à rupture de fluage avec les années et la composition chimique pour une température d'utilisation de 600°C

Creep stress and time to rupture evolution versus years and chemical composition for an application temperature of 600°C

L'optimisation du comportement en fluage des nuances martensitiques 12% Cr est indispensable étant donné leur principal domaine d'application. Les études sur le fluage de ces aciers sont donc abondantes. Par contre celles ayant trait au comportement en fatigue oligocyclique de ces aciers se font rares, voire inexistantes pour les nuances 12% Cr alliées à l'azote.

Pourtant ces aciers peuvent subir d'importants efforts de fatigue.

C'est dans la volonté de compléter les études sur le fluage que les travaux de cette thèse ont porté sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables martensitiques 12% Cr alliés à l'azote et seront exposés lors des prochains chapitres.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I

1- Référence 10 de :

Manuel technique des aciers inoxydables
Pyc Edition / Semas, 1977

2- Manuel technique des aciers inoxydables
Pyc Edition / Semas, 1977, p. 22

3- P. CHAMPION, L. GUILLET, P. POUPEAU
Diagrammes de phases des matériaux cristallins
Masson, 1981, p. 101

4- Référence 8 du chapitre 13 de :

P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER
Les aciers inoxydables
Les éditions de physique, 1990

5- Référence 22 du chapitre 13 de :

P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER
Les aciers inoxydables
Les éditions de physique, 1990

6- F.B. PICKERING

Physical Metallurgy and the Design of steels
Materials Science Series, chap. 8, Applied Science Publishers LTA,
1978

7- J. Z. BRIGGS and T.D. PARKER

The Super 12% Cr Steels
Climax Molybdenum Company, 1965, p. 6

8- K.J. IRVINE, D.J. CROWE, F.B. PICKERING

The physical metallurgy of 12% chromium steels
Journal of Iron Steel Institute, n° 195, 1960, p. 386-405

9- F. KRAFFT

Druckaufgestickte warmfeste Chromstähle
Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, 1990
Fortschrittbericht-VDI Verlag, 1991

10- Manuel technique des aciers inoxydables
Pyc Edition / Semas, 1977, p. 63

11- T. FUJITA, K. ASAKURA, T. SAWADA, T. TAKAMATSU and Y.
OTOGURO

Creep Rupture Strength and Microstructure of Low C-10Cr-2Mo Heat-Resisting
Steel with V and Nb
Metallurgical Transactions A, vol. 12A, Juin 1981, p. 1071-1079

12- F. ABE, S. NAKAZAWA, H. ARAKI and T. NODA

The role of Microstructural Instability on Creep Behavior of a Martensitic 9Cr-2W
Steel
Metallurgical Transactions, vol. 23A, Février 1992, p. 469-477

- 13- F. ABE and S. NAKAZAWA
The effect of Tungsten on Creep Behavior of Tempered Martensitic 9Cr Steels
Metallurgical Transactions, vol. 23A, Novembre 1992, p. 3025-3034
- 14- F. ABE, T. NODA and M. OKADA
Optimum alloy compositions in reduced-activation martensitic 9Cr steels for fusion reactor
Journal of Nuclear Materials, n° 195, 1992, p. 51-67
- 15- H.K. FEICHTINGER, A. SATIR-KOLORZ and Z. XIAO-HONG
Solubility of nitrogen in solid and liquid iron alloys with special regard to the melting range
Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 88" édité par J. FOCT and A. HENDRY, The Institute of Metals, 1989, p. 75-80
- 16- W.B. MORRISON
Nitrogen in the steel product
Ironmaking and Steelmaking, vol. 16, n°2, 1989, p. 123
- 17- H.K. FEICHTINGER
Alternative methods for the production of high nitrogen steels
Compte rendu de "International Conference on Stainless Steels" édité par K. YOKOTA, The Iron and Steel Institute of Japan, 1991, p. 1125-1132
- 18- P. MARSHALL
Austenitic stainless steels - Microstructure and mechanical properties
Elsevier Applied Science Publishers LTD, 1984, p. 82
- 19- J.-B. VOGT
Influence de l'azote interstitiel et de la température sur les structures de dislocations obtenues par fatigue d'aciers inoxydables austénitiques
Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, Laboratoire de Métallurgie Physique, 1991
- 20- F.B. PICKERING
Some beneficial effects of nitrogen in steel
ibid 15, p. 10-31
- 21- J. FOCT
Les nouveaux aciers à l'azote
Traitement thermique, n° 231 1989, p. 21-26
- 22- J. FOCT
HNS : from Science to Technology
Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 90" édité par G. STEIN and H. WITULSKI, Verlag Stahleisen, 1990, p. 1-10
- 23- R.W.K. HONEYCOMBE
Steels : Microstructure and properties
Edward Arnold Publishers, 1981, p. 5

24- A. POULALION, R. BOTTE

Nitrogen addition in steelmaking using nitriding ferroalloys
ibid 15, p. 49-52

25- P. PERROT, J. FOCT

Discussion on the thermodynamical bases used in High-Nitrogen Steel-Making
ibid 22, p. 32-37

26-K. FORCH, G. STEIN and J. MENZEL

Technologies of newly developed high-nitrogen steels
ibid 22, p. 258-267

27- G. STEIN, J. MENZEL and H. DÖRR

Industrial manufacture of massively nitrogen-alloyed steels
ibid 15, p. 32-38

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

A new nitrogen alloying technique - a way to distinctly improve the properties of austenitic steel
Steel research, n°1, 1987, p. 18-25

29- W. HOLZGRUBER

Process technology for high nitrogen steels
ibid 15, p. 39-48

30- P.J. UGGOWITZER, B. ANTHAMATTEN, M.O. SPEIDEL and G. STEIN

Development of nitrogen alloyed 12% chromium steels
Compte rendu de "The International Conference on Advances In
Material Technology for Fossil Power Plants", Chicago, 1987, p. 181-
186

31- H. BERNS, F. KRAFFT

Influence of nitrogen on the microstructure and properties of 12% chromium steels
ibid 30, p. 173-180

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TRAITEMENTS THERMIQUES

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TRAITEMENTS THERMIQUES

Dans ce chapitre, nous présenterons les matériaux étudiés en s'attachant à mettre en évidence les différences de composition chimique entre les matériaux étudiés. Une description détaillée des traitements thermiques réalisés et des microstructures qui en résultent sera faite car la maîtrise du traitement thermique et la connaissance de la microstructure sont essentielles pour comprendre le comportement mécanique de ces aciers de type 12% Cr, et tout particulièrement leur comportement en fatigue oligocyclique.

II-1 PRESENTATION DES MATERIAUX

Notre étude a porté sur trois nuances martensitiques 12% Cr améliorées par des additions de molybdène, de vanadium et de niobium pour certaines nuances. La composition chimique des trois aciers est consignée dans le tableau II-1. Comme les aciers étudiés sont des nuances allemandes, la norme DIN sera utilisée.

L'acier martensitique 12% Cr conventionnel au carbone est référencé X20CrMoV12.1 selon la norme DIN. Les deux aciers 12%Cr à l'azote, dénommés X10CrMoWVNbN12.1 et X10CrMoVNbN12.1 selon la norme DIN, proviennent de coulées industrielles fournies par l'industrie métallurgique allemande VSG. Les produits, élaborés par le procédé P.E.S.R., se présentent sous forme de barres de diamètre 18 mm.

Les différences principales de composition chimique observées sur ces trois aciers portent sur :

- les teneurs en interstitiels
- les teneurs en niobium
- les teneurs en silicium
- les teneurs en tungstène

NORME DIN	DENOMI- NATION	C	N	Si	Cr	Mn	Ni	Mo	V	Nb	W	N/C	Rq
X20CrMoV12.1	C-Si	0.21	-	0.24	11.3	0.60	0.62	0.85	0.36	-	0.03	0.0	procédé conv.
X10CrMoWVNbN12.1	N-Si	0.08	0.12	0.20	11.8	0.64	0.71	0.99	0.24	0.06	0.95	1.5	P.E.S.R.
X10CrMoVNbN12.1	N	0.09	0.11	0.08	10.2	0.66	0.50	0.98	0.26	0.09	-	1.2	P.E.S.R.

Fer balance

*Tableau II-1 : Composition chimique en poids pourcent des trois aciers étudiés
Chemical composition of the steels in wt.%*

Les matériaux X10CrMoWVNbN12.1 et X10CrMoVNbN12.1 sont des nuances dans lesquelles une partie du carbone a été substituée par de l'azote, mais pour les trois matériaux la teneur en éléments interstitiels (C+N)% reste constante et égale à 0.2% massique avec un rapport (%N)/(%C) nul pour l'acier X20CrMoV12.1 et égal à 1.5 et 1.2 respectivement pour les matériaux X10CrMoWVNbN12.1 et X10CrMoVNbN12.1.

Seules les deux nuances 12%Cr à l'azote contiennent du niobium. Cet élément favorise l'introduction d'azote lors de l'élaboration de l'acier (cf figure I-10), mais il précipite aussi très rapidement avec l'azote pour former des nitrures très stables (cf figures I-14) qui permettent de limiter la croissance du grain austénitique lors du traitement d'austénitisation. De plus, le niobium renforce les phénomènes de précipitation lors du revenu de par son rôle carbu- et nitrurigène.

Lors de l'élaboration des aciers à l'azote par le procédé P.E.S.R., l'azote est introduit sous forme solide de granulés Si_3N_4 et ceci s'accompagne en général de l'introduction de silicium. Ceci est observé pour l'acier X10CrMoWVNbN12.1. L'acier 12% Cr au carbone X20CrMoV12.1 élaboré par un procédé conventionnel contient également du silicium. D'après le tableau I-21 donné au chapitre précédent, l'acier de type 12% Cr le plus chargé en azote élaboré jusqu'à aujourd'hui par VSG contient 0.4% d'azote en poids pour une teneur en silicium de 0.6% massique. Cependant l'acier X10CrMoVNbN12.1 contient une très faible teneur en silicium comparée à celle de l'acier X10CrMoWVNbN12.1. L'effet de l'élément d'alliage silicium sera ici considéré malgré les teneurs relativement faibles (inférieures à 1% massique) car c'est un élément substitutionnel au pouvoir durcissant élevé en solution solide dans les matrices de fer de structure cubique centrée dont il modifie fortement la limite d'élasticité [1,2], comme le montre la figure II-2, ainsi que les propriétés de fatigue [1,3] et de fatigue-endurance [1].

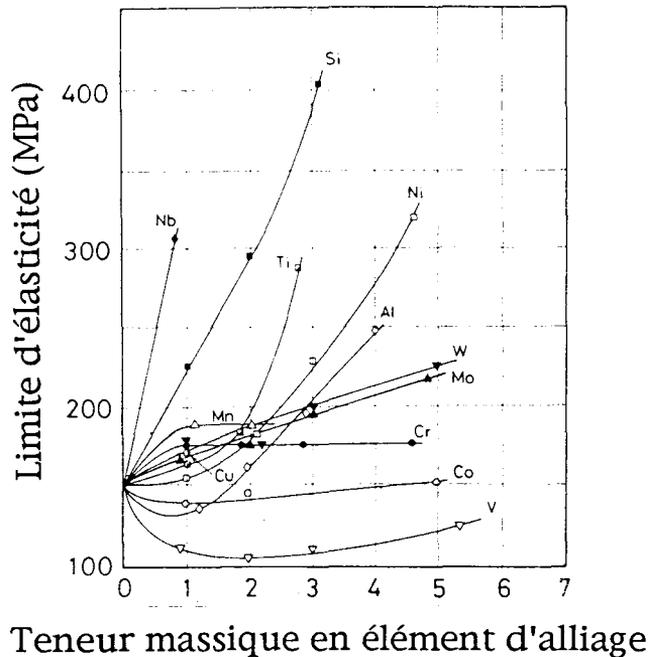


Figure II-2 : Variation de la limite d'élasticité $R_{p0.2\%}$ dans des alliages cubiques centrés Fe-X avec le pourcentage massique en élément d'alliage X [1]

Yield strength $R_{p0.2\%}$ as a function of wt pct alloying element X in binary ferrites Fe-X [1]

Il est connu aussi pour modifier la séquence de précipitation des carbures lors du revenu d'aciers martensitiques au carbone de type AISI 43XX (0.1% < %C < 0.4%; 0.25% < %Si < 3%; %Mn=0.7%; %Ni=1.8%; %Cr=0.8%; %Mo=0.25%) [4] et retarde ainsi fortement l'adoucissement de l'acier permettant des températures de revenu plus élevées.

On pourra remarquer la présence de tungstène uniquement dans l'acier X10CrMoWVNbN12.1, de l'ordre de 1% massique. Le tungstène est plus connu pour son effet durcissant par stabilisation des précipités de type M_2X formés lors du revenu que par son effet durcissant en tant qu'élément substitutionnel. Dans des aciers 12% Cr contenant du W, Mo, V, N et C, les précipités M_2X ont pour formule $(Cr, W, Mo, V, Fe)_2(C, N)$ [5]. Dans ces mêmes aciers, théoriquement, le précipité $M_{23}C_6$ aux compositions idéales de $Fe_{21}W_2C_6$ et $Cr_{21}W_2C_6$ est capable de dissoudre au maximum 22.8% et 24% massique de W respectivement [5]. On peut donc penser que dans l'acier X10CrMoWVNbN12.1, le tungstène va se

trouver essentiellement sous forme combinée dans les précipités de type M_2X et/ou $M_{23}C_6$.

A côté des éléments C, N, Si, W et Nb, on trouve les éléments tels que Cr, Mn, Ni, Mo et V en quantité équivalente dans les trois aciers étudiés et qui ont un rôle bien précis, comme nous avons pu le voir au cours du chapitre I.

Il apparaît nettement que la composition chimique des aciers 12% Cr doit être soigneusement ajustée pour obtenir une structure martensitique après traitement thermique aux propriétés mécaniques optimales.

Par la suite, chaque matériau sera identifié par une dénomination notée dans le tableau II-1. Par souci de simplicité de notation, les dénominations choisies ne feront apparaître que la distinction 12% Cr au carbone-12% Cr à l'azote et la présence ou non de silicium. Ainsi l'acier X20CrMoV12.1 sera repéré par C-Si, l'acier X10CrMoWVNbN12.1 par N-Si et enfin l'acier X10CrMoVNbN12.1 par N.

II-2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II-2-1 Traitements thermiques

Les traitements d'austénitisation effectués à des températures comprises entre 1050°C et 1150°C ont été réalisés dans un four de marque Nabertherm sous air. Les trempes ont consisté en un refroidissement à l'air ambiant.

Les traitements de revenu des matériaux bruts-de-trempe ont été effectués dans un four tubulaire Adamel sous air.

II-2-2 Examens métallographiques

Pour mettre en évidence la structure martensitique et les anciens joints de grains austénitiques, les échantillons ont été polis mécaniquement sur support diamanté jusqu'au grade 1 micron puis attaqués par le réactif Villela (solution contenant 10 ml HCl+1g acide picrique dans 100 ml d'éthanol).

L'examen de la microstructure a été réalisée à l'aide d'un microscope optique OLYMPUS.

Deux types d'essais de dureté ont été réalisés :

-macrodureté Vickers sous charge de 30 kg (HV30), réalisée sur un macroduromètre Hecquert

-microdureté Vickers sous charge de 25g, réalisée sur un microduromètre Leitz Miniload 2

Les valeurs de dureté ont été obtenues grâce à une moyenne sur au moins dix mesures.

II-2-3 Diffraction des rayons X

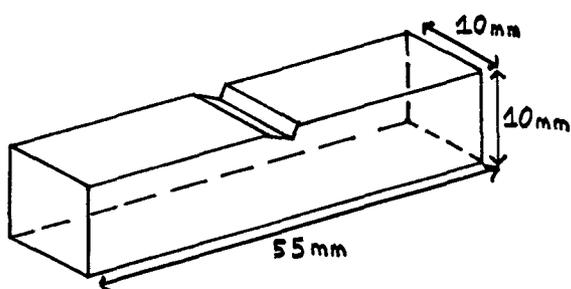
Les mesures de paramètres cristallins de la martensite ont été réalisées par diffraction des rayons X sur un diffractomètre Siemens avec une anticathode au cobalt ($\lambda=1.790206 \text{ \AA}$). Les échantillons analysés ont été préalablement polis mécaniquement jusqu'au grade 1 micron sur support diamanté.

II-2-4 Microscopie électronique en transmission (M.E.T.)

Afin de caractériser la microstructure de la martensite brute-de-trempe et revenue, des études en M.E.T. ont été effectuées sur un microscope Jeol 200CX opérant à 200 kV. Les échantillons ont été préalablement coupés à la scie diamantée lente pour obtenir des tranches d'épaisseur voisine de 500 μm . Un polissage mécanique au papier abrasif grade 1200 sur les deux faces de l'échantillon a permis d'obtenir une épaisseur d'environ 100 μm . A l'aide d'une estampeuse, des disques de diamètre 3 mm ont été découpés puis amincis électrolytiquement ($T= 15^{\circ}\text{C}$; $V= 60 \text{ V}$; $i= 0.3 \text{ A/mm}^2$) par la technique des double jets avec une solution (95% acide acétique+5% acide perchlorique).

II-2-5 Essais de résilience

Des essais de résilience ont été réalisés à la température ambiante à l'aide d'un mouton pendule Wolpert de 300 Joules sur des éprouvettes entaillées en V et parallélépipédiques dont une représentation est donnée ci-dessous :



profondeur d'entaille : 2mm
angle de l'entaille : 45°
rayon à fond d'entaille : 0.25mm

*Figure II-3 : Schématisation des éprouvettes de résilience
Charpy sample schematisation*

II-3 TRAITEMENTS THERMIQUES REALISES

II-3-1 Importance du traitement thermique dans les aciers 12% Cr

Le traitement thermique classique réalisé sur les aciers 12% Cr consiste en une austénitisation (maintien isotherme dans le domaine d'équilibre austénitique du matériau) suivie d'une trempe et d'un traitement de revenu réalisé en dessous de la température de début d'apparition de l'austénite. Ce type de traitement permet d'obtenir une structure martensitique alliant de bonnes propriétés mécaniques à une bonne ductilité et une bonne ténacité. De nombreuses études ont mis en évidence combien le traitement thermique est important dans ces aciers suivant le domaine d'application et donc suivant la ou les propriété(s) mécanique(s) recherchée(s). Mais pour les aciers 12% Cr, l'optimisation du traitement thermique a essentiellement pour objectif d'améliorer les propriétés de fluage de ces aciers [6,7]. L'optimisation du traitement thermique s'accompagne souvent de l'optimisation de la composition chimique.

Le traitement d'austénitisation va conditionner la mise en solution des éléments d'alliage par la dissolution des précipités présents formés lors de l'élaboration, la taille du grain austénitique et la présence de ferrite δ . Des phénomènes de précipitation interviennent au cours du revenu dont l'intensité dépend de la mise en solution du maximum d'éléments d'alliage lors de l'austénitisation. La nature, la stabilité et la taille des précipités formés vont conditionner les propriétés de fluage. A côté du carbone et de l'azote, la présence d'éléments d'alliage tels que Mo, V, Nb, W vont fortement influencer le comportement au revenu des aciers à 12% Cr.

Il apparaît donc important de détailler les différentes étapes des traitements thermiques réalisés sur nos aciers en s'attachant à décrire l'effet de chaque étape sur la microstructure suivant la composition chimique de l'acier.

II-3-2 Choix des traitements thermiques

II-3-2-1 Traitement d'austénitisation

La première étape du traitement thermique réalisé sur un acier 12% Cr est l'austénitisation (ou homogénéisation, normalisation, mise en solution) durant laquelle le matériau devient une solution solide d'austénite homogène. Au cours de l'austénitisation, les paramètres température, temps d'austénitisation et composition chimique vont contrôler :

- le domaine d'existence de l'austénite
- la taille du grain austénitique
- la mise en solution de la précipitation primaire et l'homogénéisation de la solution solide austénitique.

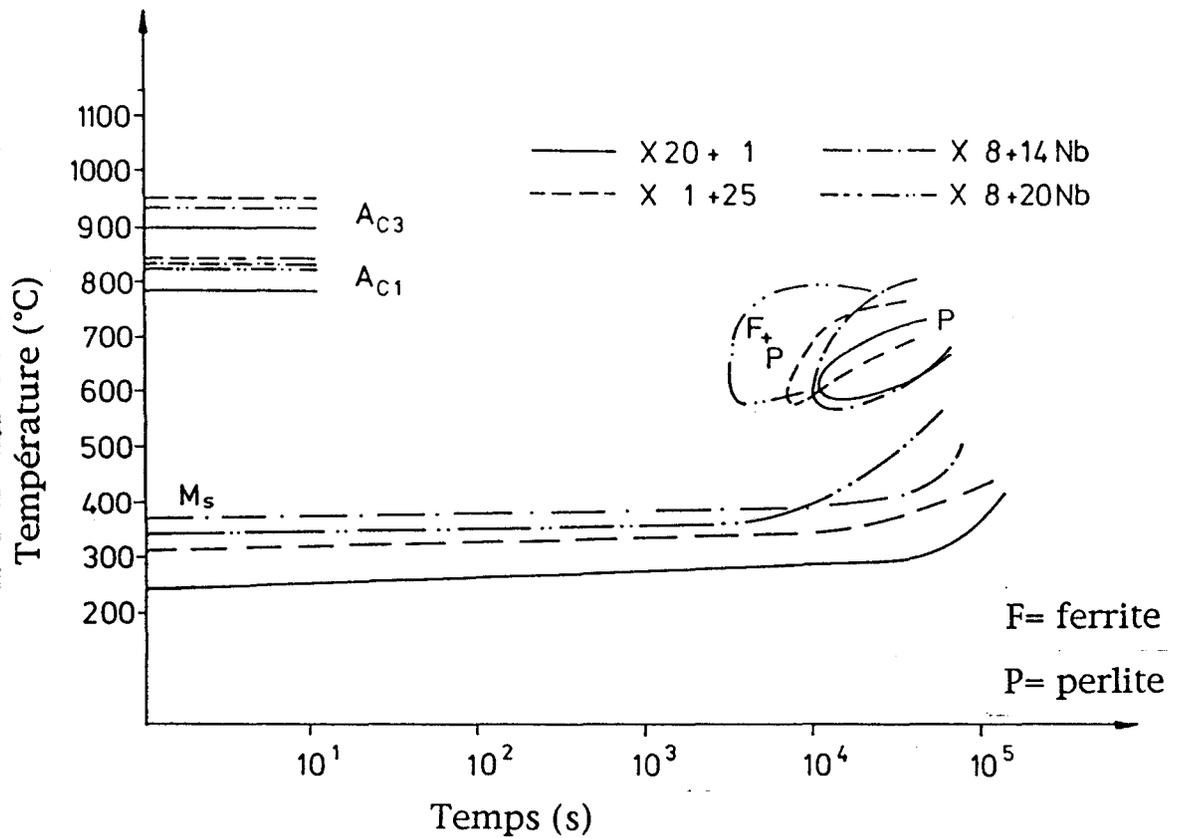
Les diagrammes Temps-Température-Taux de transformation donnés en figure II-4 et réalisés sur différents aciers 12%Cr au carbone et à l'azote très proches des aciers étudiés permettent de situer la température Ac_3 à partir de laquelle le matériau est complètement austénitique :

- pour les aciers 12% Cr au carbone Ac_3 se situe vers 900°C
- pour les aciers 12% Cr à l'azote Ac_3 se situe vers 930-950°C suivant la composition chimique

Dans le cas de nos aciers, la température d'austénitisation devra donc être supérieure à :

- 900°C pour C-Si
- 950°C pour N-Si et N

Nous avons vu au chapitre précédent que lors de l'élaboration des aciers 12% Cr il se formait une précipitation primaire. Lors du traitement d'austénitisation, cette précipitation va gêner la migration des joints de grains austénitiques par un mécanisme d'épinglage des joints [9,10]. La température d'austénitisation généralement utilisée dans le cas des 12% Cr au carbone est de 1050°C, car elle offre un bon compromis entre la dissolution primaire et la



	C	N	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Nb
X 20+1	0.20	0.01	0.23	0.73	11.15	0.70	0.85	0.30	-
X 1+25	0.013	0.25	0.48	0.45	11.40	0.75	1.07	0.29	-
X 8+14 Nb	0.08	0.14	0.34	0.71	9.55	0.09	1.03	0.23	0.07
X 8+20 Nb	0.08	0.20	0.02	0.53	10.40	0.31	1.50	0.23	0.04

Figure II-4 : Diagrammes Temps-Température-Taux de transformation de différents aciers 12% Cr au carbone et à l'azote [8]
TTT-diagrams of some carbone and nitrogen alloyed 12%Cr steels [8]

taille du grain austénitique. Pour les aciers 12% Cr à l'azote, il faut augmenter la température d'austénitisation, mais elle doit rester inférieure à 1200°C car au-delà, la dissolution de la précipitation primaire sera totale, quelque soit la composition chimique de l'acier, provoquant une forte croissance du grain austénitique [8].

La dissolution de la précipitation primaire est conditionnée par la diffusion des éléments d'alliage dans la matrice. La durée de l'austénitisation va donc être importante. Une austénitisation durant une demi-heure est en général adoptée [11,12].

Les traitements d'austénitisation les mieux adaptés apparaissent être :

- (1050°C, 1/2 h) pour un acier 12% Cr au carbone
- (1150°C, 1/2 h) pour un acier 12% Cr à l'azote

II-3-2-2 La trempe

Après l'austénitisation, l'acier subit un refroidissement plus ou moins rapide appelé trempe. Lorsque la température du matériau atteint la température M_s (martensite starting), la transformation martensitique démarre. Cette température est fortement dépendante de la composition chimique, comme le montre le tableau II-5 qui donne la diminution de la température M_s provoquée par 1% massique d'élément d'alliage en considérant une température de 300°C pour l'acier de base 12%Cr-0.1%C :

élément d'alliage	C	N*	Mn	Mo	Cr	Ni	Si	W
diminution en °C de M_s par 1% massique d'élément d'alliage	474	450	33	21	17	17	11	11

* : cette valeur est issue de [14]

Tableau II-5 : Influence des éléments d'alliage sur la température M_s dans les aciers 12%Cr [13]

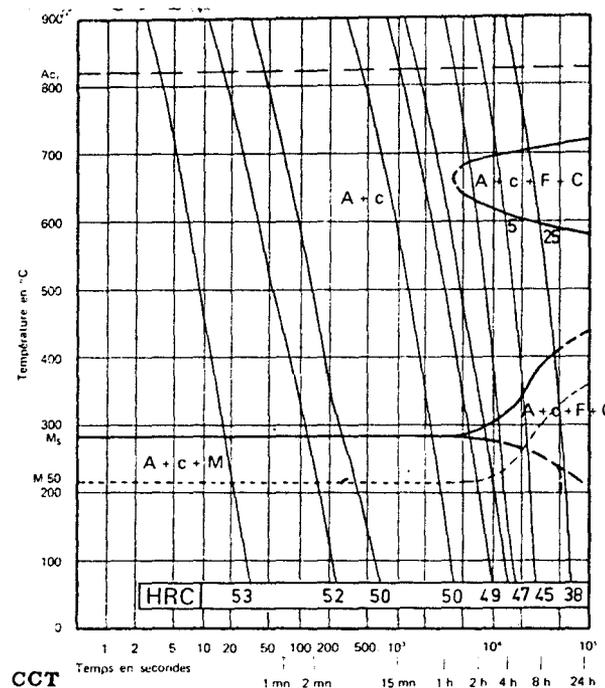
Depression of M_s by 1% alloying element in 12%Cr steels [13]

Notons dans ce tableau un effet important des éléments interstitiels.

La figure II-6 montre clairement que les aciers 12% Cr au carbone sont autotremnants. M_s se situe aux environs de 280°C.

Bien que les effets du carbone et de l'azote sur M_s apparaissent semblables dans le tableau II-5, Krafft [8] observe des différences sur les valeurs expérimentales de M_s d'aciers 12% Cr au carbone et 12% Cr à l'azote. Pour une même température d'austénitisation, la température M_s de l'acier à l'azote est plus élevée d'environ 60°C par rapport à celle de l'acier au carbone. Cette différence semble due au fait que l'azote n'est pas totalement sous forme non-combinée.

C'est en général une trempe à l'air qui est réalisée pour les aciers 12% Cr aussi bien au carbone qu'à l'azote.



Z 20 CDNbV 11 Steel

Composition: 0.17% C - 0.39% Mn - 0.43% Si - 0.016% S - 0.017% P - 0.60% Ni - 11.30% Cr - 0.75% Mo - 0.370% V - 0.410% Nb - 0.070% N₂ Grain size: 10-11 Austenitized at 1150°C (2102°F)

*Figure II-6 : Diagrammes TRC d'aciers 12% Cr [15]
TRC-diagrams of 12%Cr steels [15]*

II-3-2-3 Traitement de revenu

Toute structure martensitique brute-de-trempe est dure et fragile. Cette fragilité est due à des facteurs tels que la distorsion du réseau provoquée par les interstitiels, les contraintes résiduelles produites durant la trempe etc... Le traitement de revenu va permettre de réduire cette fragilité et de conférer à l'acier revenu de bonnes valeurs de ténacité, de ductilité et de dureté. La structure d'un acier trempé est fortement instable car au sein de la martensite des atomes interstitiels sont en sursaturation, l'énergie de déformation associée à la structure de dislocations et/ou de macles est très élevée, l'austénite retenue, qui peut être présente, est instable. Donc lors d'un traitement de revenu, la martensite va être le siège de phénomènes de restauration (diminution de la densité de défauts notamment de dislocations) et de précipitation.

L'évolution de la dureté d'aciers martensitiques 12%Cr avec la température de revenu a été largement étudiée par Krafft [8] :

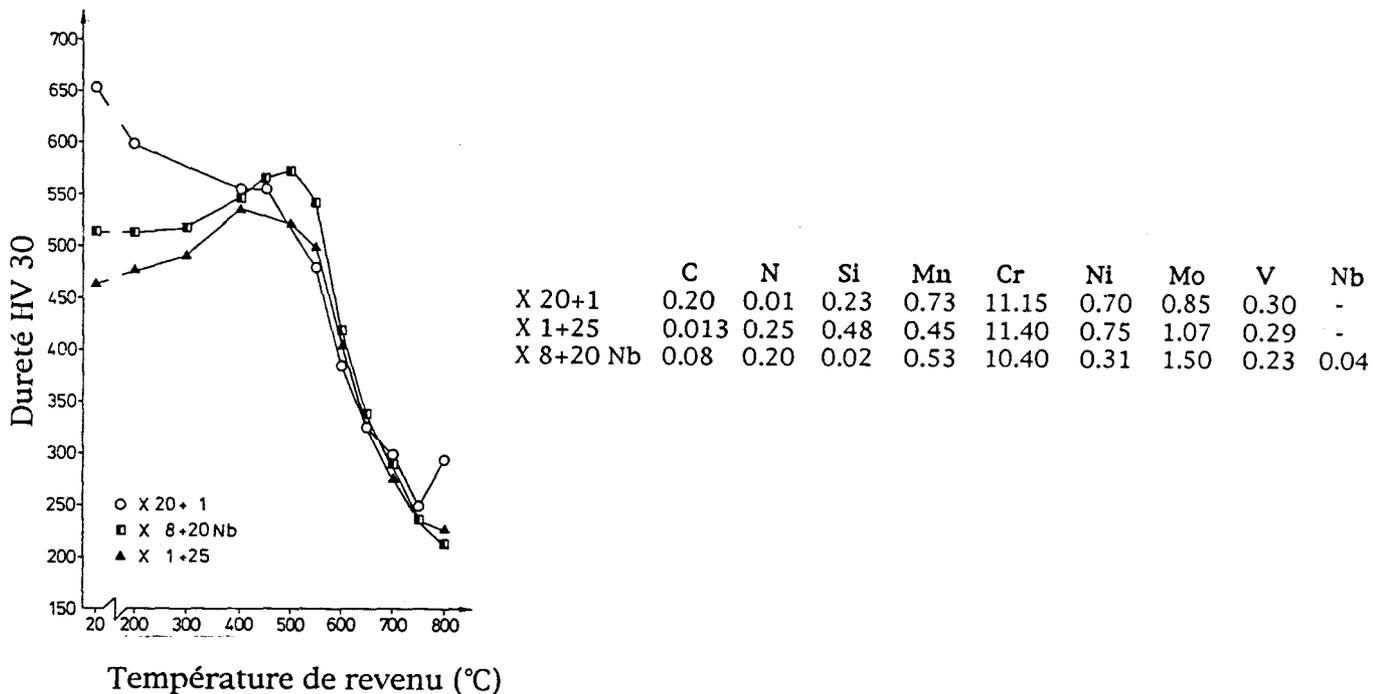


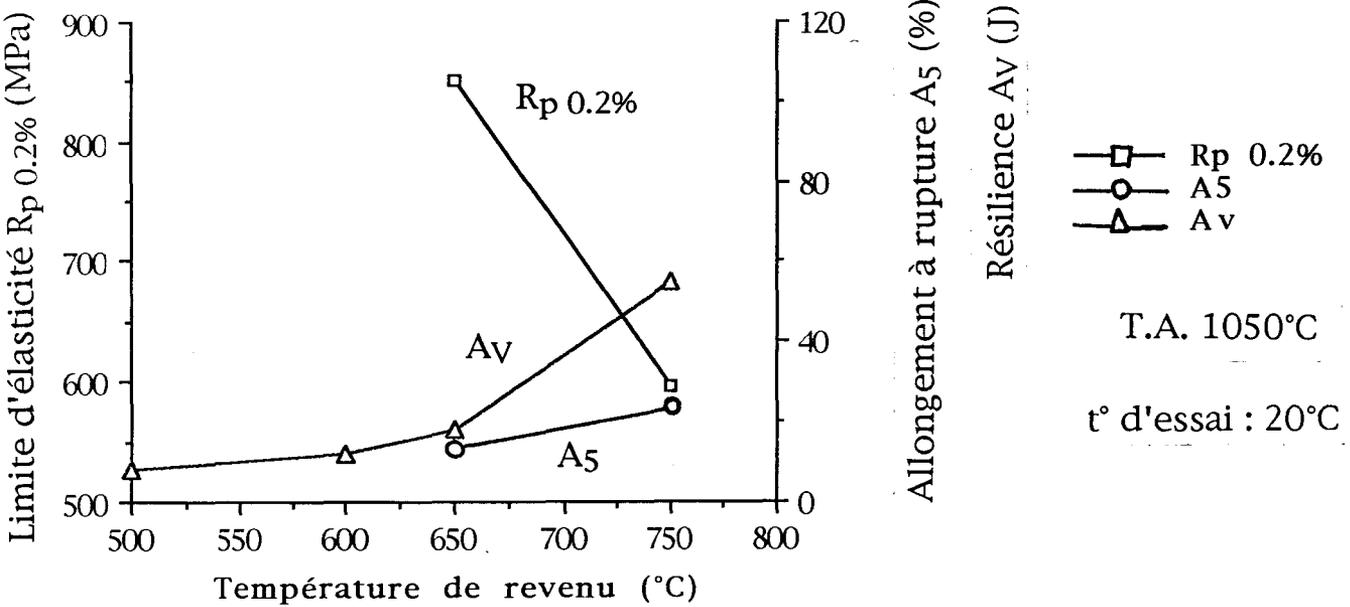
Figure II-7 : Evolution de la dureté Vickers d'aciers 12%Cr au carbone et à l'azote après des traitements de revenu isothermes de 2h [8]
Vickers Hardness evolution of carbon and nitrogen alloyed 12%Cr with tempering temperature [8]

Sur cette figure on peut observer que les aciers 12% Cr au carbone ont une réponse au revenu différente de celle des 12% Cr à l'azote. Cette différence s'explique par des séquences de précipitation différentes dans les deux types d'aciers. Alors que les aciers martensitiques au carbone présentent une chute de dureté pour des revenus entre 200°C et 400°C provoquée par un abaissement de la teneur en carbone dans la solution solide à cause de la précipitation de cémentite [16], les martensitiques à l'azote, quant à eux, présentent un phénomène de durcissement dès 300°C [11]. On peut cependant noter un point commun: les deux types d'aciers présentent un pic de dureté vers 500°C correspondant à un phénomène de durcissement secondaire qui est plus marqué pour les aciers 12% Cr à l'azote. Pour les deux types d'aciers la forte chute de dureté dans le domaine de température [600°C-800°C] est due à un grossissement des précipités qui favorise le réarrangement des dislocations et donc entraîne une forte diminution de leur densité.

Outre l'évolution de la dureté, il est également intéressant de connaître l'évolution de la limite d'élasticité, de la ténacité et de la résilience d'aciers 12% Cr martensitiques en fonction de la température de revenu. Ce seront les conditions d'application qui détermineront la température de revenu à adopter. La figure II-8 résume bien l'influence de la température de revenu sur les propriétés mécaniques de différents aciers 12% Cr.

C'est en général la température de revenu de 750°C qui est adoptée dans les aciers 12% Cr car elle offre un bon compromis entre propriétés mécaniques, ténacité et ductilité.

a) 12% Cr au carbone (%C=0.20 pds%)



b) 12% Cr à l'azote (%N=0.25 pds%)

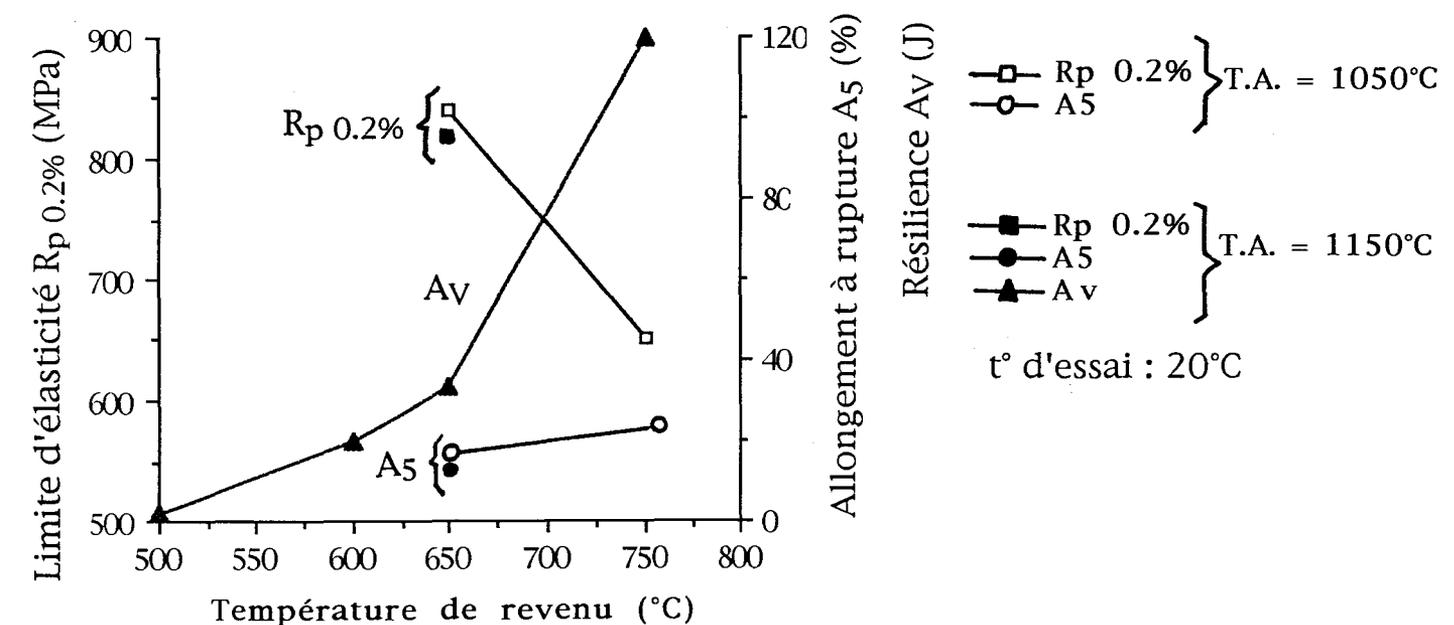


Figure II-8 : Influence de la température de revenu sur la limite d'élasticité $R_p0.2\%$, l'allongement à rupture A_5 et la résilience A_v :
 a) d'un acier 12% Cr au carbone; b) d'un acier 12% Cr à l'azote [8]
 Dependence of the yield stress $R_p0.2\%$, the rupture elongation A_5 and the toughness A_v with the tempering temperature :
 a) of a carbon alloyed 12% Cr; b) of a nitrogen alloyed 12% Cr [8]

II-3-2-4 Traitements thermiques adoptés

Trois types de traitement thermique ont été réalisés sur les matériaux étudiés et ont permis de mettre en évidence les influences :

- de la composition chimique
- de la température d'austénitisation
- de la température de revenu

sur la microstructure d'aciers 12% Cr.

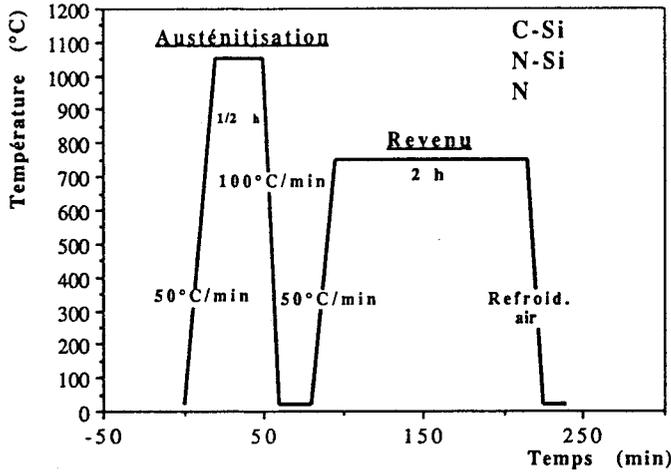
Pour l'ensemble des traitements thermiques réalisés, c'est une trempe à l'air qui a toujours été adoptée.

Nous avons vu précédemment que le traitement thermique couramment réalisé dans un acier 12% Cr au carbone consiste en une austénitisation à 1050°C durant une demi-heure, suivie d'une trempe à l'air et d'un revenu à 750°C durant deux heures. Ce traitement, que nous avons appelé traitement thermique de référence (figure II-9 a)), a été réalisé sur les trois matériaux C-Si, N-Si et N, afin de mettre en évidence les effets de l'échange partiel du carbone par de l'azote. Les aciers dans cet état thermique seront étudiés en fatigue oligocyclique au cours du troisième chapitre.

D'après ce qui a été dit précédemment, la température d'austénitisation optimale pour un acier 12% Cr à l'azote est de 1150°C. Le traitement thermique effectué dans l'acier 12% Cr à l'azote N-Si suivant le schéma b) de la figure II-9, qui consiste en une austénitisation à 1150°C durant une demi-heure suivie d'une trempe à l'air et d'un revenu de deux heures à 750°C, a permis de caractériser l'effet de la température d'austénitisation dans une nuance à l'azote par rapport au traitement de référence.

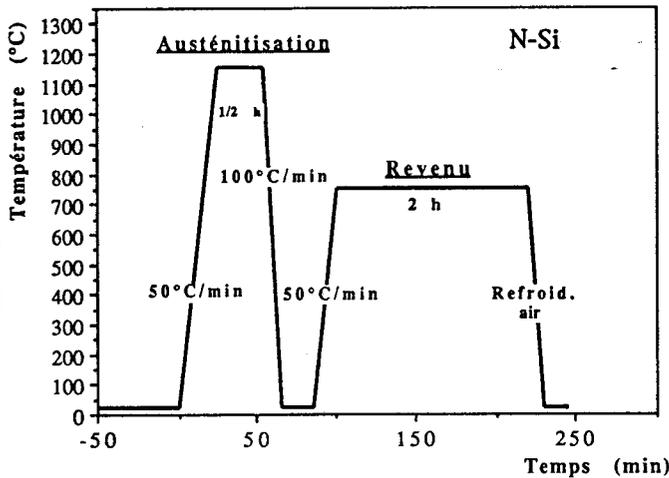
Le choix de la température de revenu étant un paramètre important, deux autres traitements ont été réalisés dans l'acier N suivant le schéma c) de la figure II-9. Après une austénitisation à 1050°C durant une demi-heure, suivie d'une trempe à l'air, deux revenus à des températures autres que 750°C ont été réalisés. Le revenu à 20°C constitue l'état brut-de-trempe du matériau alors que le revenu à 500°C se situe au niveau du pic de durcissement secondaire d'un acier 12% Cr à l'azote.

a) Traitement thermique de référence



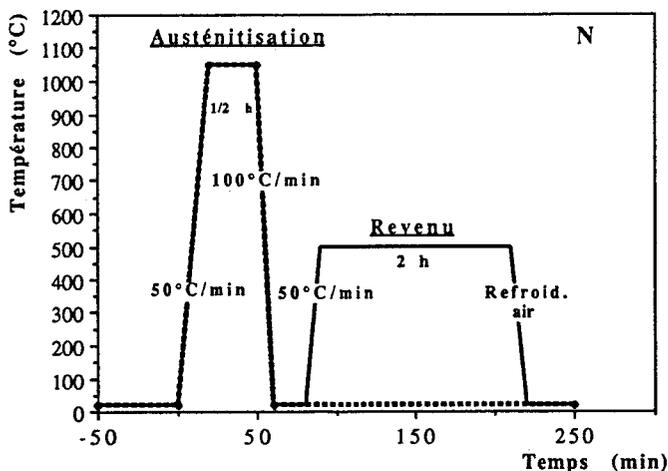
	HV 30
	après revenu
C-Si	235
N-Si	250
N	220

b) Modification de la température d'austénitisation



	N-Si	
t° aust. (°C)	1050	1150
HV 30	250	290
après revenu		

c) Modification de la température de revenu



	N		
t° revenu (°C)	20	500	750
HV 30	420	437	220
après revenu			

Figure II-9 : Présentation des différents traitements thermiques réalisés dans les aciers étudiés

The different heat treatments

L'influence des températures d'austénitisation et de revenu sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers 12% Cr à l'azote sera étudié au cours du quatrième chapitre.

II-3-3 Microstructures brutes-de-trempe

Elles correspondent aux microstructures obtenues après l'austénitisation et une trempe à l'air.

II-3-3-1 Etude métallographique des martensites à l'état trempé

Les figures II-10, 11 et 12 présentent les micrographies optiques des trois matériaux C-Si, N-Si et N après le traitement d'austénitisation à 1050°C suivi d'une trempe à l'air. La figure II-13 présente une micrographie optique du matériau N-Si après le traitement d'austénitisation à 1150°C suivi d'une trempe à l'air. Les quatre microstructures brutes-de-trempe présentent une structure de martensite en lattes à l'aspect déchiqueté. Pour les deux températures d'austénitisation étudiées, les tailles de grains apparaissent homogènes pour tous les matériaux. Alors que l'acicularité des martensites brutes-de-trempe des deux aciers 12% Cr à l'azote austénitisés à 1050°C n'est pas nette, celle des aciers N-Si homogénéisé à 1150°C et C-Si homogénéisé à 1050°C est beaucoup plus marquée. Sur les figures II-10 et II-13, on peut observer nettement des paquets de lattes désorientés d'environ 60° les uns par rapport aux autres. A l'intérieur des anciens grains austénitiques, plusieurs paquets, appelés aussi blocs, se sont développés avec des orientations différentes. Au sein d'un paquet, de nombreuses lattes très minces ont tendance à s'aligner parallèlement les unes aux autres. L'épaisseur des lattes étant inférieure au micron, ce qui correspond à la résolution d'un microscope optique, nous n'avons pu mesurer grâce à cette technique que les tailles des anciens grains austénitiques et de paquets de lattes.

Aucune trace de ferrite δ n'a été détectée dans l'ensemble des échantillons.

Les tailles moyennes des anciens grains austénitiques et les largeurs moyennes des paquets de lattes mesurées en microscopie optique obtenues grâce à la méthode de l'intercept linéaire sont consignées dans le tableau II-14 :

Matériau	C-Si	N-Si	N	
Température d'austénitisation(°C)	1050	1050	1150	1050
Taille moyenne de l'ancien grain γ (μm)	45 ± 5	12 ± 2	30 ± 5	11 ± 2
Taille moyenne de paquet de lattes (μm)	18 ± 2	3 ± 2	-	4 ± 2

Tableau II-14 : Taille moyenne de l'ancien grain austénitique et largeur moyenne des paquets de lattes des aciers bruts-de-trempe.

Mean grain size and mean martensite packet width of steels

Pour la température d'austénitisation de 1050°C, l'acier 12% Cr au carbone C-Si présente une taille de grain 4 fois plus grande et une taille de paquets de lattes 5 fois plus grande que celle des deux autres aciers 12% Cr à l'azote pour lesquels ces deux grandeurs sont semblables. L'échange partiel du carbone par de l'azote dans les aciers 12% Cr étudiés provoque donc une forte diminution de la taille de l'ancien grain austénitique. Nous avons vu au cours du chapitre précédent que les nitrures sont plus stables que les carbures (figure I-12). Ils se dissolvent donc moins facilement lors de l'austénitisation et permettent un épinglage des joints de grains. De plus, la présence de niobium dans les deux aciers 12% Cr à l'azote renforce la stabilité des nitrures. Les carbures de l'acier C-Si ne contiennent pas de niobium.

L'augmentation de la température d'austénitisation dans l'acier N-Si provoque une faible croissance des grains austénitiques bien épinglés

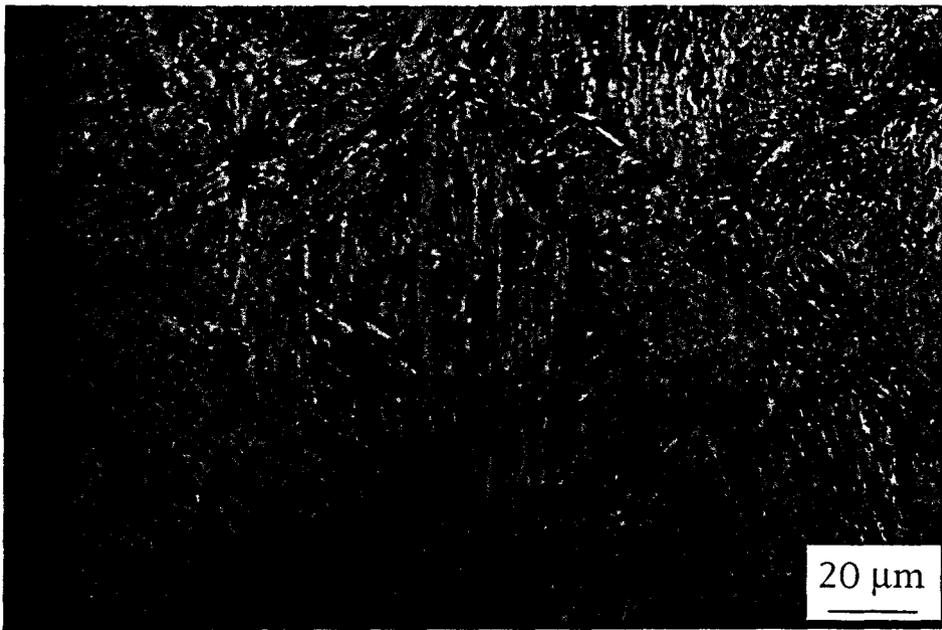


Figure II-10 : Micrographie optique obtenue dans le matériau C-Si après le traitement d'austénitisation à 1050°C pendant 1/2 h suivi d'une trempe à l'air

Optical micrograph of the as-quenched C-Si steel after a solution treatment at 1050°C during 0.5 h followed by an air cooling



Figure II-11 : Micrographie optique obtenue dans le matériau N-Si après le traitement d'austénitisation à 1050°C pendant 1/2 h suivi d'une trempe à l'air

Optical micrograph of the as-quenched N-Si steel after a solution treatment at 1050°C during 0.5 h followed by an air cooling



Figure II-12 : Micrographie optique obtenue dans le matériau N après le traitement d'austénitisation à 1050°C pendant 1/2 h suivi d'une trempe à l'air

Optical micrograph of the as-quenched N steel after a solution treatment at 1050°C during 0.5 h followed by an air cooling



Figure II-13 : Micrographie optique obtenue dans le matériau N-Si après le traitement d'austénitisation à 1150°C pendant 1/2 h suivi d'une trempe à l'air

Optical micrograph of the as-quenched N-Si steel after a solution treatment at 1150°C during 0.5 h followed by an air cooling

par des carbonitrides primaires dont la stabilité thermique est renforcée par la présence de niobium.

Quelques rares petits îlots isolés, localisés essentiellement au voisinage des joints de grains, ont été observés uniquement dans la martensite brute-de-trempe de l'acier au carbone C-Si (figure II-15). La morphologie de ces îlots diffère de celle de la ferrite δ qui apparaît sous forme de films semi-continus près des joints de grains pour des températures d'austénitisation dépassant 1200°C dans les aciers 12% Cr [17,18]. Lors du refroidissement à partir de la température d'austénitisation 1050°C, un bref passage dans le domaine ferritique a certainement permis la création de germes de ferrite basse température α correspondant à ces îlots.

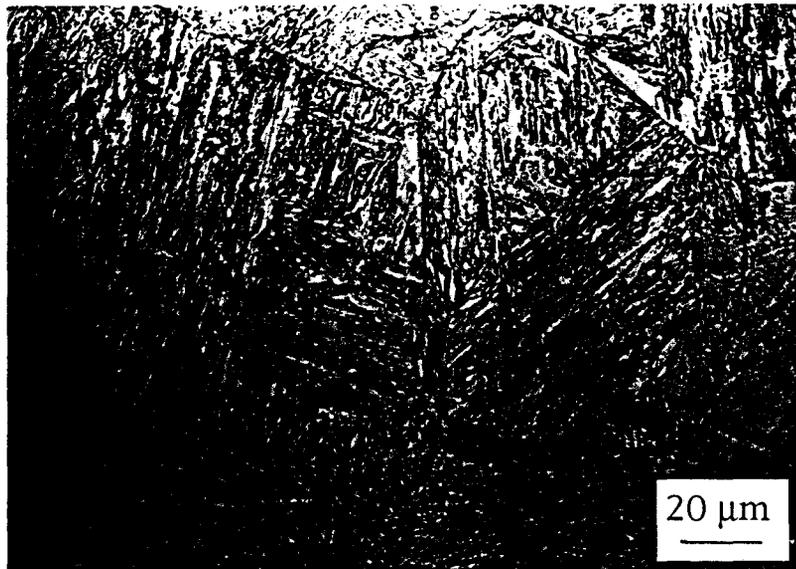


Figure II-15 : Présence de rares petits îlots de ferrite près des joints de grains dans la martensite brute-de-trempe (austénitisation à 1050°C; trempe à l'air) de l'acier 12% Cr au carbone C-Si
Ferrite islands in weak amount along grain boundaries in the as-quenched C-Si steel (solution treatment at 1050°C during 0.5 h followed by air cooling)

II-3-3-2 Etude en microscopie électronique en transmission

II-3-3-2-a Morphologie de la martensite

Par cette technique, la microstructure fine des matériaux bruts-de-trempe a été observée et est typique d'une martensite en lattes pour tous les échantillons. Des paquets contenant entre dix et vingt lattes sont observés. Au sein d'un paquet, les lattes sont parallèles et faiblement désorientées.

Une largeur moyenne de latte a été déterminée dans les différents échantillons :

Matériau	C-Si	N-Si	N	
Température d'austénitisation(°C)	1050	1050	1150	1050
Largeur moyenne des lattes (µm)	0.6±0.1	0.4±0.1	0.4±0.1	0.4±0.1

Tableau II-16 : Largeur moyenne des lattes des aciers dans leur état brut-de-trempe

Mean lath width of the as-quenched steels

La taille de latte de l'acier C-Si est très légèrement supérieure à celle des deux aciers 12% Cr à l'azote.

La température d'austénitisation, donc la taille de l'ancien grain austénitique, n'a pas d'influence sur la taille de latte de l'acier N-Si.

Une très grande densité de dislocations enchevêtrées est observée dans l'ensemble des lattes des différents matériaux. Cette forte densité de dislocations est le produit du cisaillement de la phase mère austénitique lors de la transformation martensitique. Des mesures de résistivité électrique ont montré qu'elle est comprise entre $3 \cdot 10^{11}$ et $9 \cdot 10^{11}$ cm⁻² [19]. Les nombreuses dislocations vont permettre d'assurer une sursaturation en interstitiels dans le réseau de la martensite.

De l'austénite retenue a également été détectée dans différents aciers 12% Cr [20,21]. Les températures M_f des matériaux étant supérieures à la température ambiante, il s'agit d'austénite retenue. Berns [20] a observé que le pourcentage d'austénite retenue diminue quand le pourcentage de carbone d'un acier 12% Cr diminue. Des études menées sur l'acier N par F. Vanderschaeve [21] ont montré que le pourcentage volumique d'austénite retenue estimé à environ 3% dans cet acier ne varie pas avec la température d'austénitisation et qu'elle est localisée entre les lattes de martensite, sous forme de fins rubans d'environ 50 nm de large.

II-3-3-2-b Etat de précipitation

L'identification des précipités étant un sujet à part entière, nous aiderons de la bibliographie pour identifier la précipitation dans nos aciers. Notons à ce sujet que l'étude de la précipitation dans les aciers 12% Cr a été un des thèmes de recherche largement développé par le laboratoire de métallurgie physique de Lille.

Au sein des aciers 12% Cr contenant du carbone et dont la température M_s est largement supérieure à la température ambiante, des phénomènes de redistribution du carbone lors de la trempe vont opérer. Ils s'effectuent sous forme de ségrégation sur les défauts du réseau cristallin ou sous forme de précipitation de cémentite appelée autorevenu. La redistribution de l'azote au cours de la trempe est mal connue.

Les trois aciers étudiés contenant tous du carbone vont être le siège de phénomènes d'autorevenu. La cémentite Fe_3C formée à l'intérieur des lattes est de type Widmanstätten. Elle se présente sous forme de fines plaquettes. Dans l'acier N, F. Vanderschaeve [21] observe, quelle que soit la température d'austénitisation étudiée (1050°C et 1150°C), de la cémentite Fe_3C orthorombique (figure II-17), de paramètres de maille : $a=0.452$ nm; $b=0.509$ nm; $c=0.674$ nm.

Nous avons vu au chapitre précédent que lors de l'élaboration des aciers 12% Cr, une précipitation dite "primaire" se formait. Dans les aciers 12% Cr au carbone, la précipitation primaire consiste

essentiellement en des carbures de chrome [11]. Pour les aciers 12% Cr à l'azote, la précipitation primaire consiste en des nitrures riches en niobium et vanadium. D'après [22], la composition chimique de ces carbonitrures est : 40% Nb, 30% V, 20% Mo, 10% Cr. Dans l'acier N, F. Vanderschaeve [21] a identifié pour des températures d'austénitisation de 1050°C et 1150°C des carbonitrures MX cubiques à faces centrées de composition : 55% Nb, 45% V, de paramètre cristallin $a=0.442$ nm (figure II-18). Des carbonitrures M_4X_3 de structure cubique à faces centrées ($a=0.427$ nm) riches en vanadium et niobium (75% V et 25% Nb) ont également été observés dans l'acier N pour une température d'austénitisation de 1050°C. A 1150°C, ce type de précipité n'a pas été détecté [21].

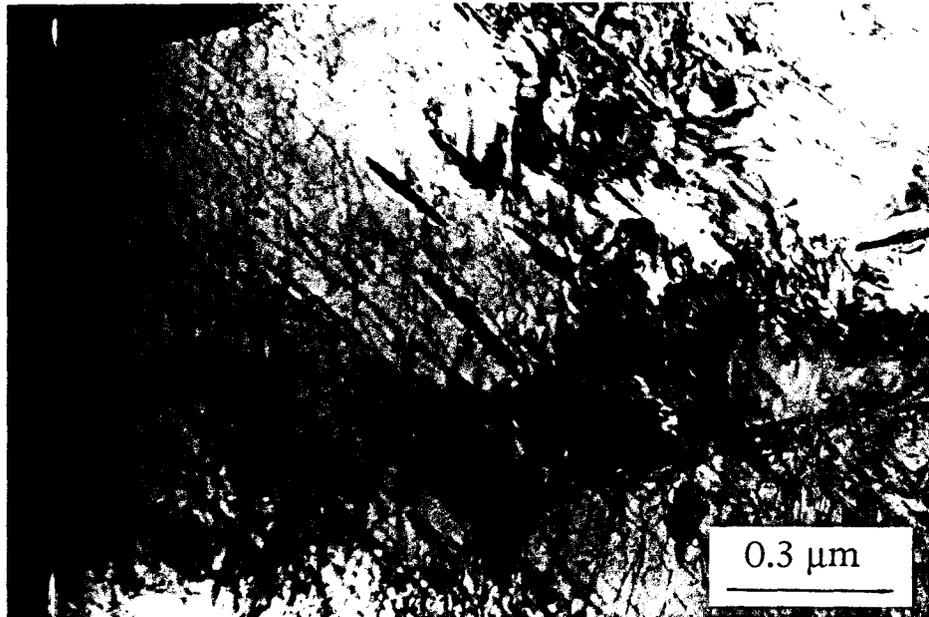


Figure II-17 : Précipitation de cémentite de type "Widmanstätten" lors de la trempe de l'acier N à partir de 1150°C [21]

Type "Widmanstätten" cementite precipitation during quenching of the N steel from 1150°C [21]

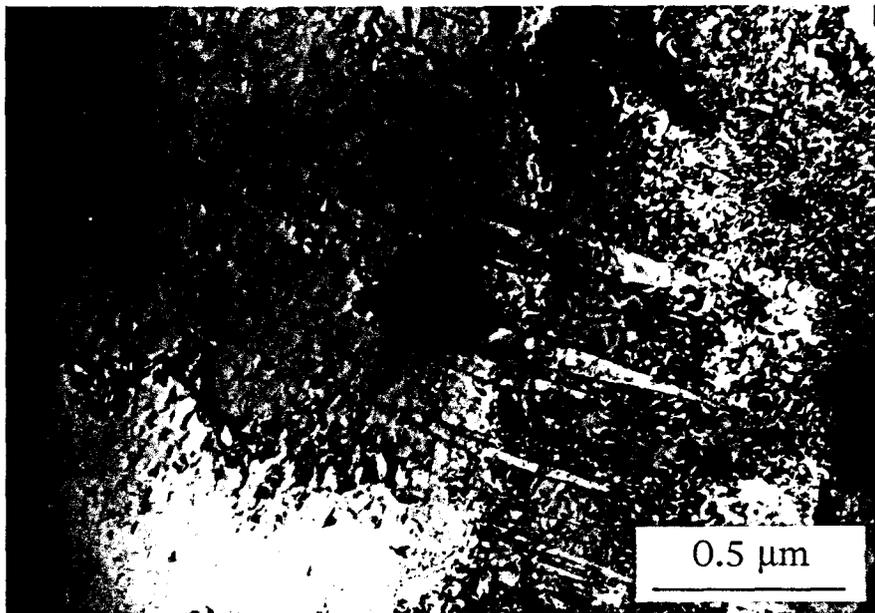


Figure II-18 : Précipitation intragranulaire de type MX observée dans l'acier N après une austénitisation de 30 min à 1150°C suivie d'une trempe à l'air [21]

Intragranular precipitation of type MX observed in the N steel after austenizing at 1150°C followed by air quenching [21]

II-3-3-3 Etude de tétragonalité par diffraction R.X.

Le tableau II-19 présente les valeurs des paramètres de maille de deux des quatre martensites brutes-de-trempe étudiées.

Matériau	t° austénitisation(°C)	a (nm)	c (nm)
C-Si	1050		
N-Si	1050	0.287± 0.001	0.289± 0.001
N-Si	1150		
N	1050	0.287± 0.001	0.289± 0.001

Tableau II-19 : Valeurs des paramètres de maille des matériaux bruts-de-trempe

Lattice parameters of the as-quenched materials

La tétragonalité des martensites étudiées est très faible. On peut alors assimiler le réseau de ces martensites à des structures cubiques centrées. Ces résultats étaient prévisibles car la teneur réelle en interstitiels dans les différents échantillons est inférieure à 0.2% massique étant donné la présence de précipitation primaire. Or, c'est à partir de 0.2% massique en interstitiels que l'on commence à détecter la tétragonalité de la martensite.

II-3-3-4 Macroducté

Des mesures de macroducté Vickers sous une charge de 30 kg ont été réalisées sur les quatre échantillons dans leur état brut-de-trempe :

Matériau	C-Si	N-Si	N	
Température d'austénitisation (°C)	1050	1050	1150	1050
HV 30	555±10	470±10	474±10	420±20

Tableau II-20 : Macroducté Vickers HV 30 des aciers étudiés
Vickers hardness HV 30 of the as-quenched steels

Malgré une taille de grain austénitique et une largeur de paquet de lattes bien plus élevées, l'acier C-Si présente la valeur de dureté la plus grande. Ce résultat est en accord avec la littérature [8,21] et s'explique par une plus forte teneur en interstitiels dans l'acier 12% Cr au carbone dans lequel les carbures primaires sont quasiment tous dissous à 1050°C par rapport aux aciers 12% Cr à l'azote où il subsiste une forte quantité de carbonitrides après le traitement d'austénitisation à 1050°C.

Alors que les matériaux N-Si et N présentent une microstructure semblable et une même teneur en interstitiels d'après leurs compositions chimiques respectives (tableau II-1), ces deux aciers ne présentent pas les mêmes valeurs de macroducté. Nous avons vu en début de chapitre que ces deux matériaux se différencient par leurs teneurs en silicium et en tungstène. Le silicium est un élément substitutionnel au pouvoir durcissant important dans les structures cubiques centrées du fer [23] ainsi que dans les aciers 12% Cr [13,19]. Quant au tungstène, son pouvoir durcissant en tant qu'élément substitutionnel dans une structure cubique centrée est très inférieur à celui du silicium. Et si l'on considère un pourcentage atomique, dans l'acier N-Si on obtient alors 0.55% Si at. et 0.28% W at. à la place de 0.20% Si pd. et 0.95% W pd.. La différence de dureté entre les deux aciers 12% Cr à l'azote semble donc s'expliquer par un durcissement substitutionnel provoqué par le silicium.

L'augmentation de la teneur en silicium ne provoque pas une modification des paramètres de mailles du matériau N-Si par rapport au matériau N détectable par diffraction des rayons X (tableau II-19).

L'augmentation de la température d'austénitisation dans l'acier N-Si n'entraîne pas une modification de la macrodureté. Deux explications sont envisageables. Soit l'augmentation de la température d'austénitisation ne provoque qu'une remise en solution très faible d'azote qui n'est pas détectable par des mesures de macrodureté, soit l'augmentation de la teneur en azote non combiné lors de l'austénitisation à 1150°C est annihilée par l'augmentation des paramètres microstructuraux, tels que la taille des paquets de lattes, paramètre ayant une influence sur les propriétés mécaniques d'aciers à microstructure en lattes. En effet, Naylor [24] a corrélé la limite d'élasticité d'aciers bainitiques en lattes aux paramètres structuraux tels que la taille de lattes et de paquets de lattes. Il introduit un diamètre de latte moyen M qui représente la longueur moyenne du plan de glissement dans une latte. Ce paramètre M dépend de la largeur de la latte ϵ_1 et de la longueur de la latte d_p qui est équivalente à la taille du paquet de lattes. L'effet de la largeur de la latte sur le diamètre de latte est plus fort que celui de la taille du paquet de lattes. Il introduit également un paramètre Δ tenant compte de la précipitation, qui représente la distance effective entre précipités. La limite d'élasticité de ces aciers peut se mettre sous la forme :

$$\sigma_y = \sigma_i + P(\Delta)^{-1} + k_y(M)^{-n}$$

avec : σ_i la contrainte de friction
P et k_y deux constantes
 $n=1/2$ suivant la formulation de Petch ou $n=1$ suivant la
formulation de Langford et Cohen

Or, les paramètres microstructuraux de l'acier N-Si quand la température d'austénitisation passe de 1050°C à 1150°C évoluent peu (taille de paquet de lattes) ou pas du tout (taille de latte). De plus cet acier contient un pourcentage de niobium relativement élevé pour ce type d'acier (0.06% massique) qui va renforcer la stabilité de la précipitation primaire. Ces facteurs amènent à penser que c'est une faible dissolution de la précipitation primaire qui est responsable des

valeurs de dureté semblables mesurées aux deux températures d'austénitisation étudiées dans l'acier N-Si.

II-3-4 Microstructures revenues

Au cours des différents traitements de revenu réalisés, les paramètres microstructuraux (tailles de grain, de paquet de lattes, de latte) n'évoluent pas comme le montrent les micrographies optiques des figures II-21, II-22 et II-23 et les micrographies en transmission des figures II-24, II-25 et II-26. Par contre, d'importants phénomènes de restauration et de précipitation opèrent. A l'aide de données bibliographiques, la caractérisation de la précipitation dans les matériaux étudiés pour les différents traitements thermiques réalisés a été faite.

II-3-4-1 Données bibliographiques sur la précipitation dans les aciers 12% Cr lors de traitements de revenu

II-3-4-1-a Revenu entre 600°C et 800°C dans les aciers 12%Cr au carbone

Pour cette température de revenu, des carbures de type $M_{23}C_6$, M_6C et/ou M_7C_3 précipitent au niveau des joints de lattes et des joints de grain. Des carbures de type Nb-C, V_4C_3 et/ou (Nb,V)C peuvent précipiter en présence de niobium et/ou de vanadium [25,26].

Ce sont essentiellement des carbures grossiers intergranulaires de type $M_{23}C_6$ qui ont été observés dans la structure revenue deux heures à 750°C de l'acier C-Si (figure II-27).

Dans cette même structure, d'importants îlots localisés près des joints de grains sont observés (figure II-28). Leur largeur peut atteindre 2.5 μm . Ces îlots ne correspondent pas à de la ferrite δ car aucune trace de cette phase n'a été observée dans l'acier C-Si brut-de-trempe. Ces îlots ont été identifiés comme étant de la ferrite α [27].



Figure II-21 : Micrographie optique après le traitement de référence (aust. 1050°C, revenu 750°C) : a) dans l'acier C-Si
Optical micrograph after the reference heat treatment (aust. 1050°C, tempering 750°C) : a) in the steel C-Si

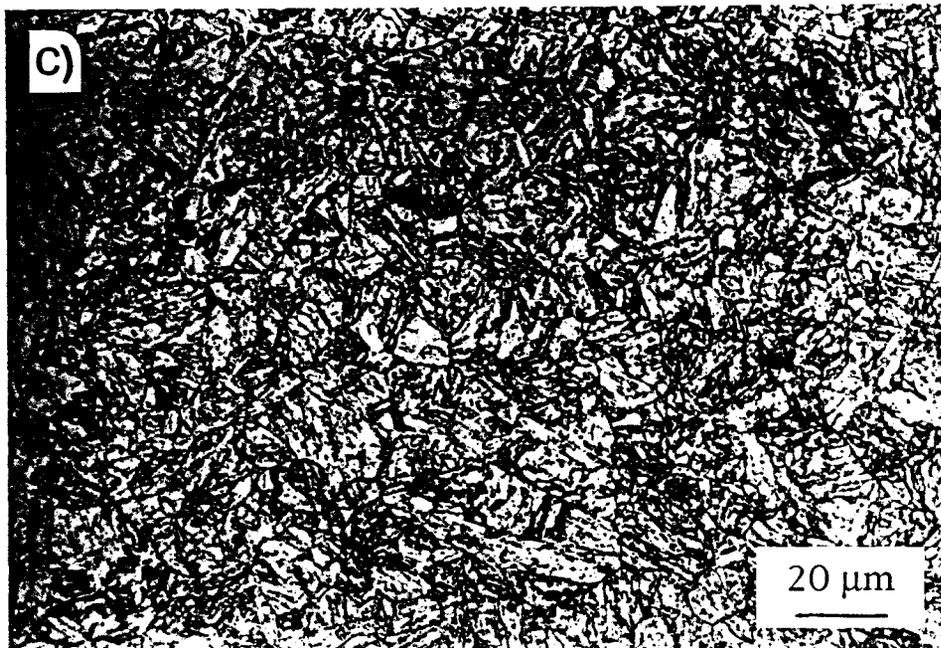
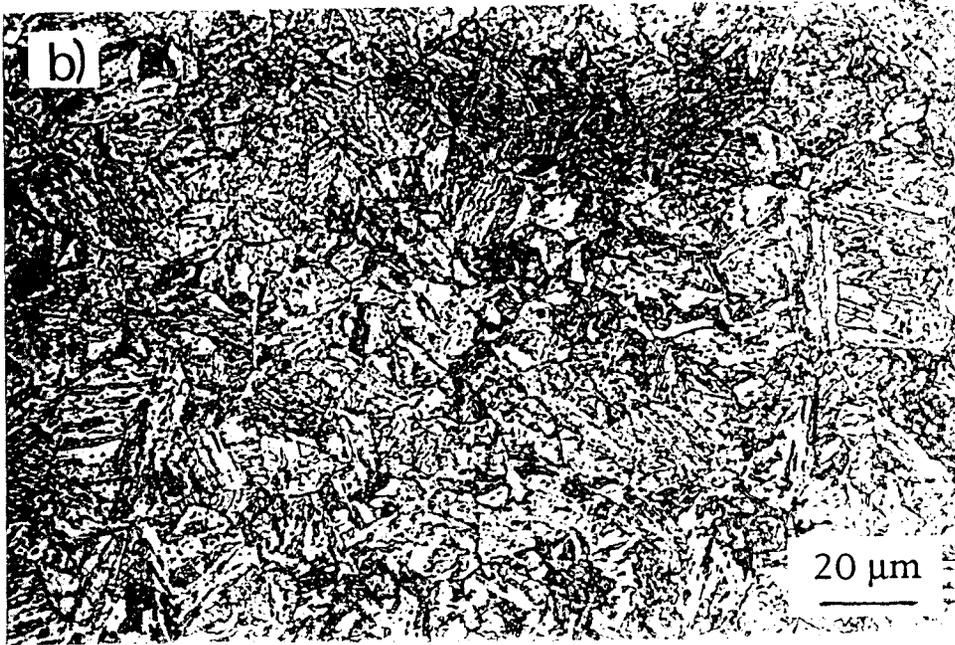


Figure II-21 : Micrographies optiques après le traitement de référence (aust. 1050°C, revenu 750°C) : b) dans l'acier N-Si; c) dans l'acier N
Optical micrographs after the reference heat treatment (aust. 1050°C, tempering 750°C) : b) in the steel N-Si; c) in the steel N



Figure II-22 : Micrographie optique après le traitement (aust. 1150°C, revenu 750°C) dans l'acier N-Si

Optical micrograph after the heat treatment (aust. 1150°C, tempering 750°C) in the steel N-Si



Figure II-23 : Micrographie optique après le traitement (aust. 1050°C, revenu 500°C) dans l'acier N

Optical micrograph after the heat treatment (aust. 1050°C, tempering 500°C) in the steel N

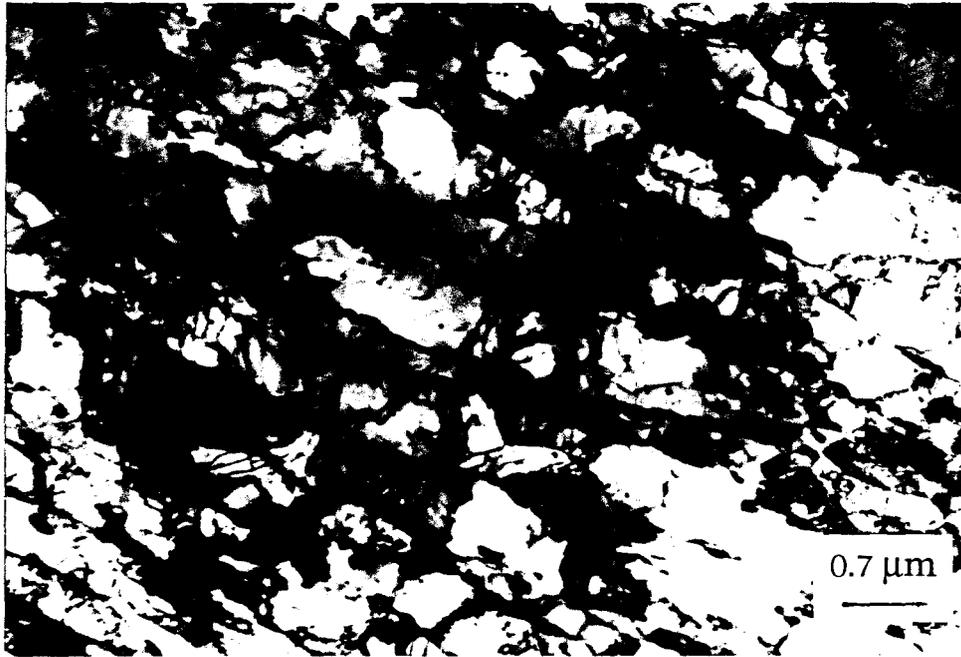


Figure II-24 : Micrographie en transmission après le traitement de référence (aust. 1050°C, revenu 750°C) dans l'acier C-Si
Transmission micrograph after reference heat treatment (aust. 1050°C, tempering 750°C) in the C-Si steel



Figure II-25 : Micrographie en transmission après le traitement de référence (aust. 1050°C, revenu 750°C) dans l'acier N-Si
Transmission micrograph after reference heat treatment (aust. 1050°C, tempering 750°C) in the N-Si steel



Figure II-26 : Micrographie en transmission après le traitement de référence (aust. 1050°C, revenu 750°C) dans l'acier N
Transmission micrograph after reference heat treatment (aust. 1050°C, tempering 750°C) in the N steel

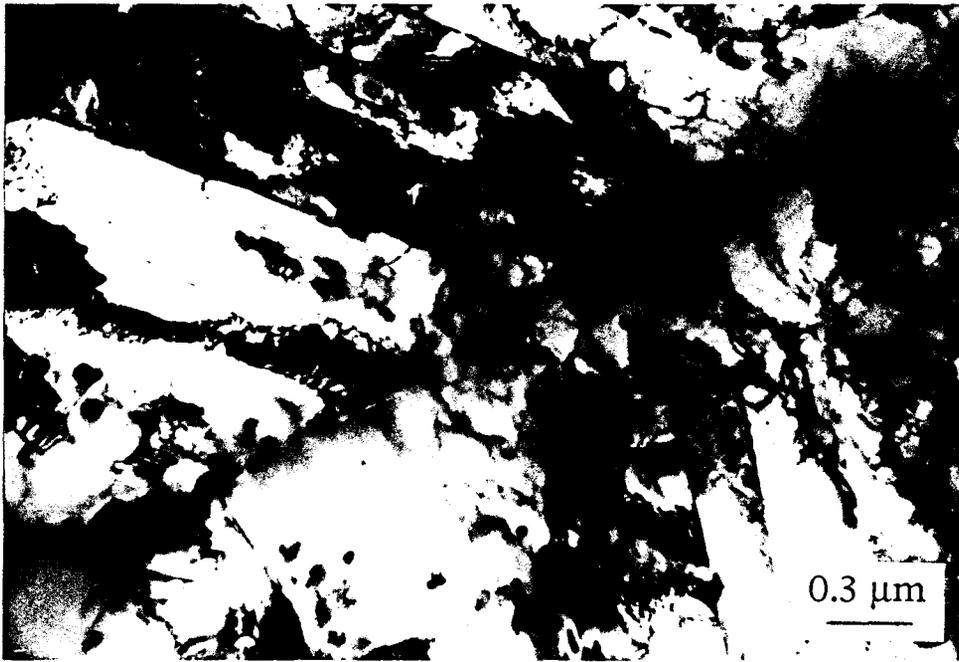


Figure II-27 : Précipitation de carbures intergranulaires $M_{23}C_6$ dans l'acier C-Si revenu 2 h à 750°C

Precipitation of intergranular carbides $M_{23}C_6$ in the C-Si steel tempered 2 h at 750°C



Figure II-28 : Grandes îlots de ferrite dans la martensite revenue de l'acier C-Si

Large islands of ferrite in the tempered martensite of the C-Si steel

*II-3-4-1-b Revenu entre 300°C et 500°C dans les aciers
12%Cr à l'azote*

F. Vanderschaeve [21] a largement étudié dans l'acier N la nature de la précipitation pour des températures de revenu comprises dans l'intervalle [200°C, 800°C]. L'étude de la précipitation à la température de revenu de 500°C s'est révélée particulièrement délicate. Des études dilatométriques poussées ont permis de caractériser la séquence de précipitation qui opère à cette température. Très rapidement il y a précipitation de carbonitrides extrêmement fins de type (Nb,V)(C,N) localisés sur les dislocations suivie de la précipitation de nitrures de chrome intragranulaires de type Cr₂N. La fraction volumique de ces deux précipités, maximale à 500°C, est responsable du pic de dureté observé pour les aciers à l'azote à cette température de revenu (figure II-7). Pour cette température de revenu, l'austénite retenue non transformée lors de la trempe est toujours présente et dans les mêmes proportions que celles de l'état brut-de-trempe [21]. Nous considérerons l'acier N revenu à 500°C dans l'état de précipitation observé par F. Vanderschaeve.

*II-3-4-1-c Revenu entre 600°C et 800°C dans les aciers
12%Cr à l'azote*

Les martensites revenues des deux aciers à l'azote présentent un état de précipitation différent de celui observé dans l'acier au carbone C-Si pour la même température de revenu. En plus des carbures M₂₃C₆, de fins précipités sont répartis de façon homogène dans l'ensemble des lattes. Nous avons vu lors du premier chapitre que la différence de cohérence des carbures et des nitrures avec la matrice martensitique était attribuable à une plus faible énergie interfaciale des nitrures vis-à-vis des carbures [28].

Dans l'acier N revenu entre [600°C,800°C], F. Vanderschaeve [21] observe trois types de précipités. Des carbonitrides de type Cr₂(C,N) de morphologie sphéroïdale et de structure cristallographique hexagonale (a=0.478 nm; c=0.444 nm) ou orthorombique (a=0.488 nm; b=0.560 nm; c=0.444 nm) sont localisés aux joints de lattes (figure II-29). Des nitrures de type Cr₂N sous forme de plaquettes et de structure

cristallographique hexagonale ($a=0.478$ nm; $c=0.444$ nm) sont observés dans les lattes (figure II-30). L'acier N revenu contient une plus grande fraction volumique de carbonitrides de type (Nb, V)(C, N) par rapport à l'état brut-de-trempe. Il y a donc eu lors du revenu entre 600°C et 800°C précipitation de particules de même nature que celles observées lors du revenu à 500°C . Nous considérerons que l'acier N après un revenu de deux heures à 750°C contient ces trois types de précipités.

L'effet du silicium sur les phénomènes de précipitation lors du revenu est peu ou pas connu dans les structures martensitiques à l'azote. Dans des martensites au carbone, le silicium change les séquences de précipitation des carbures en modifiant l'activité du carbone. La présence de silicium dans la phase ferritique d'un acier 10% Cr-Mo-Si accélère la précipitation de la phase de Laves $(\text{Fe, Cr, Si})_2\text{Mo}$ dans laquelle il est soluble [29]. Dans les structures bainitiques, le silicium modifie également la stabilité des carbures [30].

La formation de phase de Laves Fe_2W dans les aciers 12% Cr n'est observée que pour des teneurs en tungstène bien supérieures à 1% massique [13]. Par contre, le tungstène, de même que le molybdène, stabilise les précipités de type M_2X , dans lesquels il est soluble [13].

La différence de teneur en silicium entre les aciers N et N-Si n'est pas suffisante pour induire une modification notable de la séquence de précipitation lors du revenu. La teneur en tungstène de l'acier N-Si est insuffisante pour induire la formation de phase de Laves. Nous considérerons qu'après un revenu de deux heures à 750°C , les aciers N et N-Si contiennent le même type de précipitation. La composition chimique des différents précipités peut quant à elle légèrement différer d'un acier à l'autre.

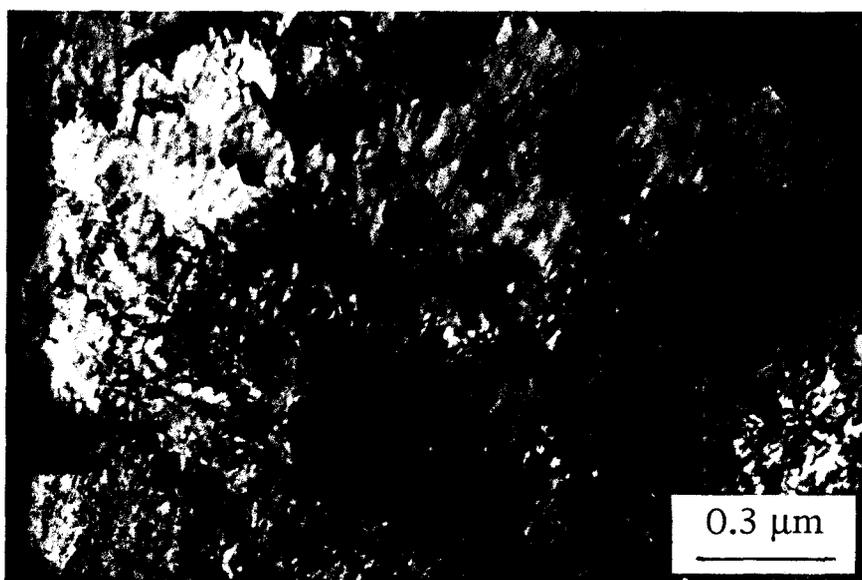


Figure II-29 : Précipités de type $Cr_2(C, N)$ dans l'acier N après un revenu de 1 h à 800°C [21]

$Cr_2(C, N)$ precipitates in the N steel after a tempering of one hour at 800°C [21]

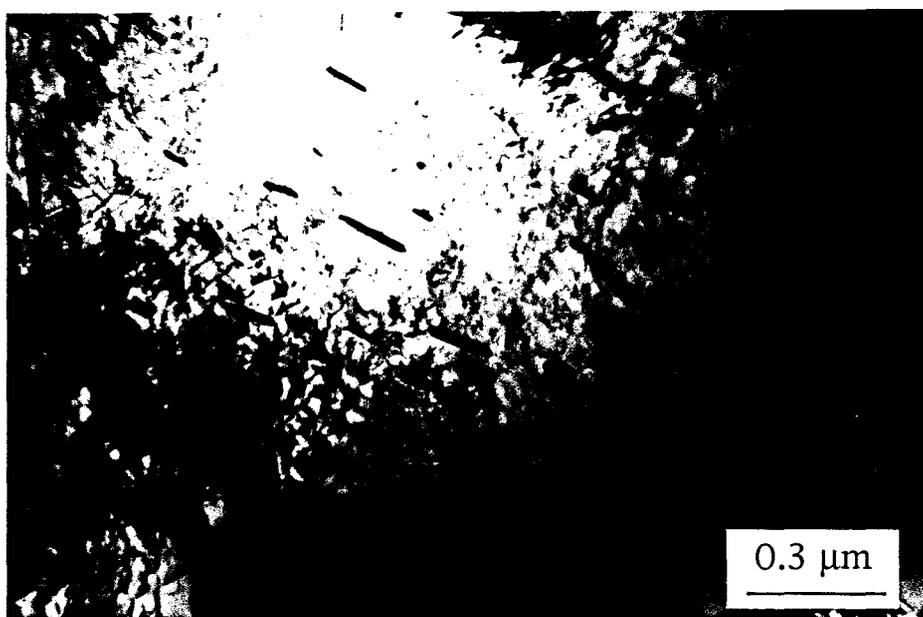


Figure II-30 : Précipités intralattes de type Cr_2N dans l'acier N après un revenu de 1h à 700°C [21]

Cr_2N precipitates in the martensite laths in the N steel after a tempering of one hour at 700°C [21]

L'augmentation de la température d'austénitisation favorise dans les aciers 12% Cr à l'azote la dissolution des précipités d'élaboration grossiers (Nb,V)X. Les éléments Nb et V libérés par la dissolution d'une partie de la précipitation primaire forment alors au cours du revenu de fins nitrures de type (Nb,V)X [31]. La fraction volumique de ces fins nitrures dépend directement de la température d'austénitisation. Dans des aciers 12% Cr à l'azote, Anthamatten et al [31] ne détectent pas la trace de fins nitrures MX après un traitement d'austénitisation à 1050°C suivi d'un revenu à 750°C, alors que ces précipités sont détectés après un traitement d'austénitisation à 1150°C suivi d'un revenu à 750°C.

II-3-4-2 Macroducté

Des mesures de macroducté Vickers sous une charge de 30 kg ont été réalisées après revenu sur les cinq échantillons étudiés :

Matériau	C-Si	N-Si		N	
Température d'austénitisation (°C)	1050	1050	1150	1050	1050
Température de revenu (°C)	750	750	750	500	750
HV 30	235±10	250±10	290±10	437±10	220±10

Tableau II-31 : Macroducté Vickers HV 30 des aciers revenus
Vickers hardness HV 30 of the tempered steels

Après le traitement thermique de référence (austénitisation à 1050°C, 1/2 h, trempe air, revenu 2h à 750°C), l'acier au carbone présente une dureté comparable à celle des deux aciers à l'azote. On notera cependant que l'acier N-Si présente encore une dureté supérieure à celle de l'acier N, mais de façon moins marquée par rapport à l'état brut-de-trempe.

En accord avec les données bibliographiques [8,21], la dureté de l'acier N revenu à 500°C est très élevée en raison de la séquence de précipitation particulière à cette température décrite précédemment.

Selon les observations faites par Anthamatten [31], l'apparition lors du revenu de fins nitrures de type (Nb,V)X uniquement dans l'acier N-Si ayant subi une austénitisation à 1150°C permet d'expliquer l'augmentation de la dureté dans cet acier quand la température d'austénitisation passe de 1050°C à 1150°C.

II-3-4-3 Résilience

Des essais de résilience ont été réalisés uniquement pour les aciers à l'azote. Les valeurs de résilience obtenues, correspondant à l'énergie absorbée ramenée à la section sous entaille de l'éprouvette, sont consignées dans le tableau ci-dessous :

Matériau	KVC (J/cm ²)	Remarque(s)
<u>N-Si</u> (aust. 1050°C, 1/2h, trempe air, revenu 750°C, 2h)	223	
<u>N-Si</u> (aust. 1150°C, 1/2h, trempe air, revenu 750°C, 2h)	101	
<u>N</u> (aust. 1050°C, 1/2h, trempe air, revenu 750°C, 2h)	263	éprouvette non cassée en deux

Tableau II-32 : Influence des traitements thermiques sur les valeurs de résilience à 300 K dans les aciers 12% Cr à l'azote

Influence of heat treatment on the toughness values at 300 K in the 12% Cr nitrogen alloyed

Les deux aciers N-Si et N ayant subi le même traitement thermique (austénitisation 1050°C durant une demi-heure suivie d'une trempe à l'air et d'un revenu de deux heures à 750°C) possèdent des valeurs de résilience assez proches et les faciès de rupture obtenus sont mats et présentent un caractère ductile (figures II-33 et II-34).

Pour l'acier N-Si austénitisé à 1150°C durant une demi-heure, trempé à l'air et revenu deux heures à 750°C, la valeur de résilience obtenue est très inférieure à celles des deux autres aciers. Le faciès obtenu est brillant et a un caractère fragile (figure II-35).

L'influence du silicium sur la résilience d'aciers 12% Cr à l'azote est assez peu marquée alors que l'augmentation de la température d'austénitisation dans l'acier N-Si provoque le passage d'un mode de rupture ductile à un mode de rupture fragile engendré par la consolidation de l'intérieur des lattes par la fine précipitation de nitrures de type MX.

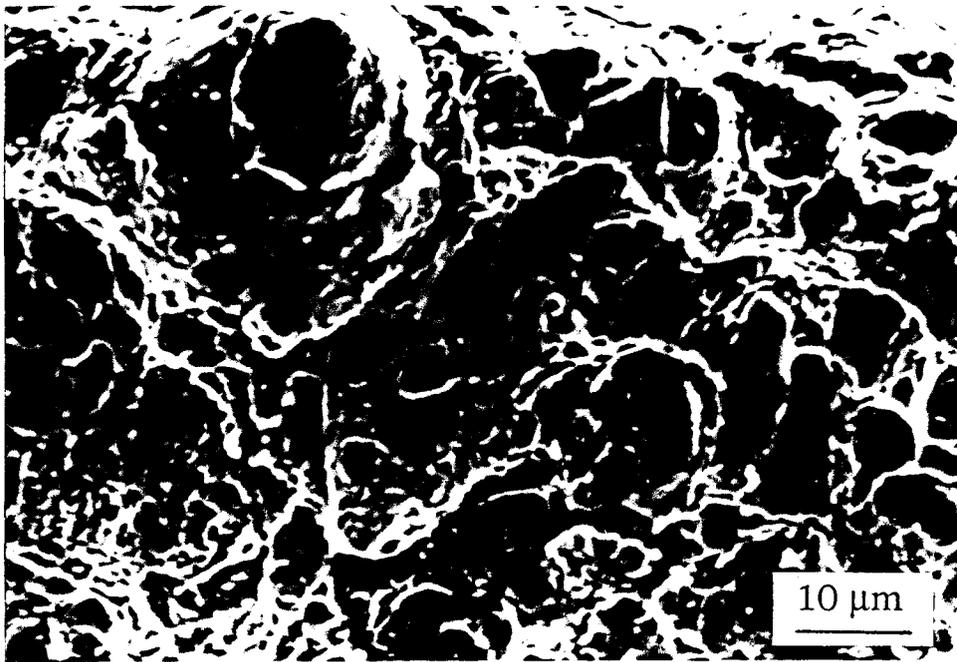


Figure II-33 : Faciès de rupture à caractère ductile de l'acier N-Si (aust. 1050°C, revenu 750°C) obtenu en résilience à T=300 K
Fracture surface of the ductile type in the N-Si steel (aust. 1050°C, tempering 750°C) obtained in Charpy test at T=300 K

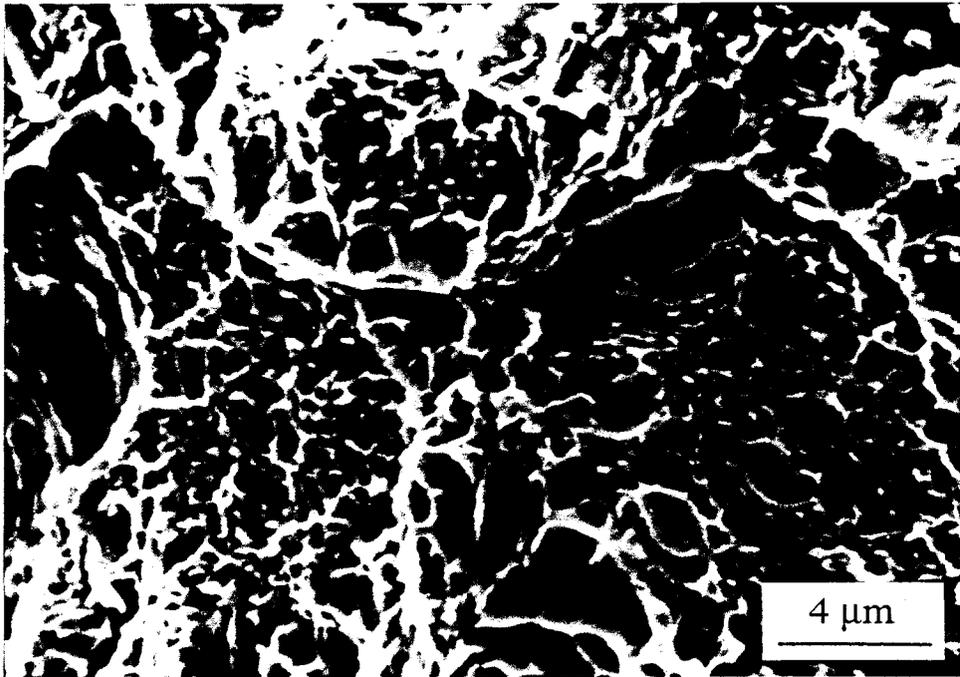


Figure II-34 : Faciès de rupture à caractère ductile de l'acier N (aust. 1050°C, revenu 750°C) obtenu en résilience à T=300 K
Fracture surface of the ductile type in the N steel (aust. 1050°C, tempering 750°C) obtained in Charpy test at T=300 K

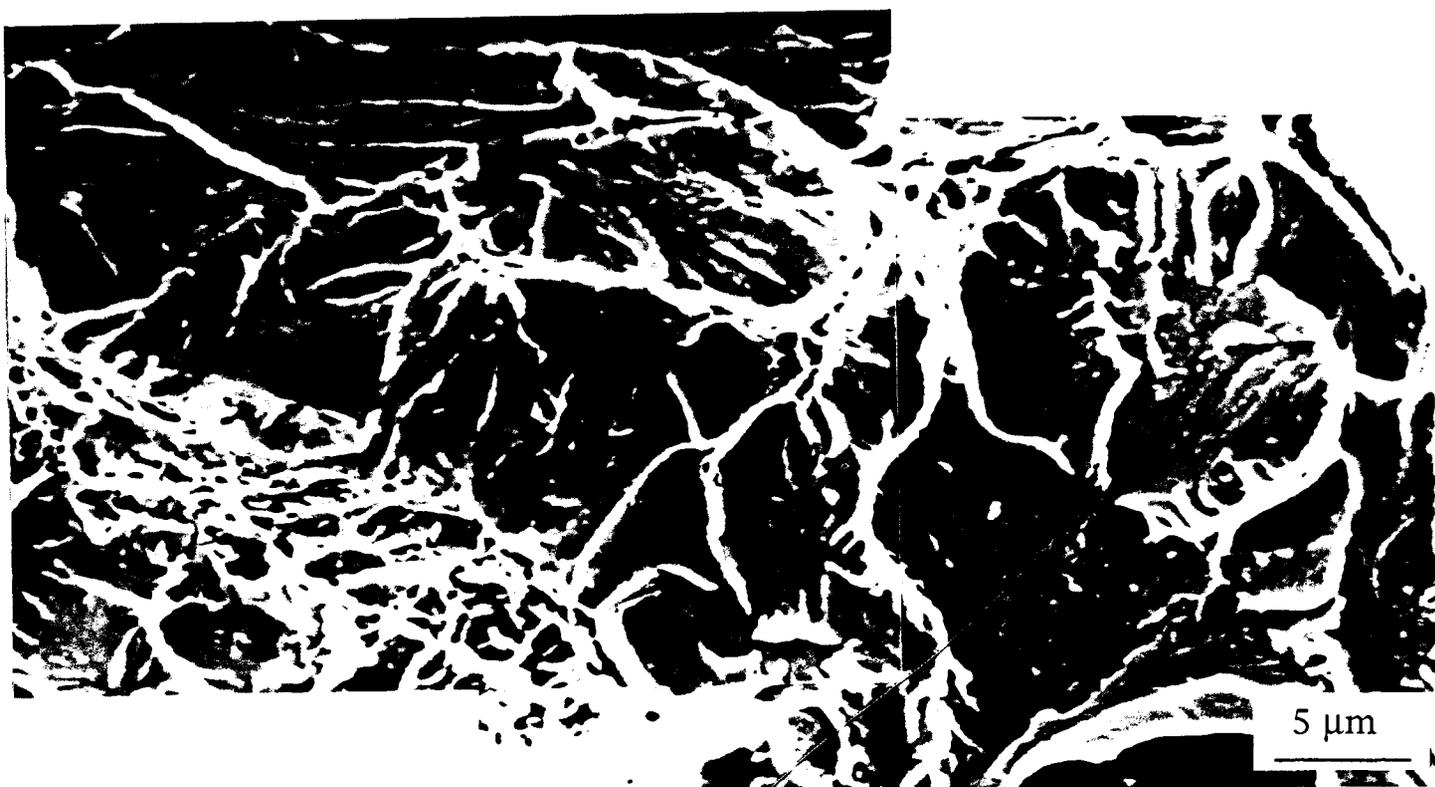


Figure II-35 : Faciès de rupture à caractère fragile de l'acier N-Si (aust. 1150°C, revenu 750°C) obtenu en résilience à T=300 K
Fracture surface of the brittle type in the N-Si steel (aust. 1150°C, tempering 750°C) obtained in Charpy test at T=300 K

L'échange partiel du carbone par de l'azote dans un acier martensitique de type 12% Cr Mo V provoque une modification des paramètres microstructuraux (tailles de l'ancien grain austénitique, de paquet de lattes, de latte), de la nature de la précipitation lors du revenu et de la disparition des îlots de ferrite.

Dans les aciers 12% Cr à l'azote, l'augmentation de la teneur en éléments tels que le silicium provoque une augmentation marquée de la dureté aussi bien à l'état brut-de-trempe qu'après un revenu à 750°C. L'effet de cet élément sur la résilience est moins nette.

Dans ces mêmes aciers, l'augmentation de la température d'austénitisation jusqu'à 1150°C ne provoque pas une croissance exagérée du grain austénitique mais favorise la dissolution des précipités d'élaboration. L'augmentation de la quantité d'azote, de niobium, de vanadium dissous dans la structure brute-de-trempe va fortement influencer les phénomènes de précipitation lors du revenu. Suivant la température de revenu adoptée, la nature et la taille des précipités diffèrent.

La page suivante récapitule les microstructures obtenues après les différents traitements thermiques réalisés.

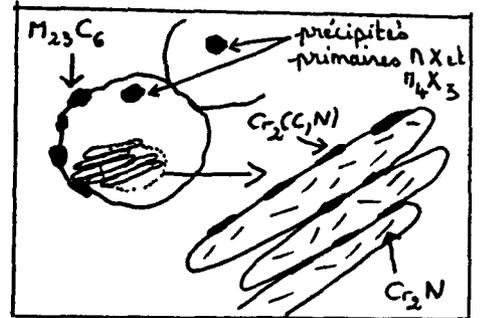
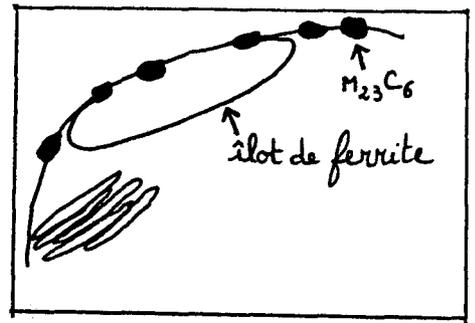
Le comportement mécanique cyclique devrait être fortement conditionné par le choix du traitement thermique (température d'austénitisation, température de revenu).

a) Référence

Austénitisation à 1050°C
Trempe air
Revenu à 750°C

acier C-Si:

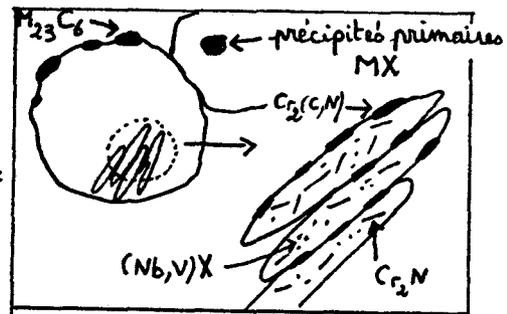
aciers N-Si et N:



b) Modification de la température d'austénitisation

Austénitisation à 1150°C
Trempe air
Revenu à 750°C

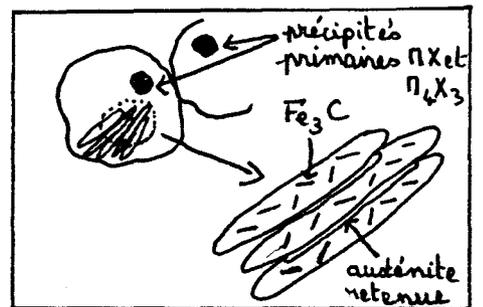
acier N-Si:



c) Modification de la température de revenu

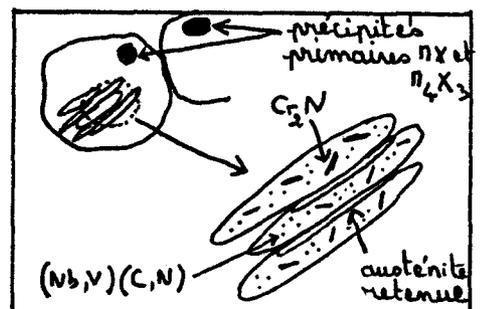
Austénitisation à 1050°C
Trempe air
Revenu à 20°C

acier N:



Austénitisation à 1050°C
Trempe air
Revenu à 500°C

acier N:



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II

- 1- H. ISHII, T. KAWARAZAKI and Y. FUJIMURA
Fatigue in Binary Alloys of bcc Iron
Metallurgical Transactions, vol. 15A, 1984, p. 679-691
- 2- B. ARONSSON and L. GRANAS
Strain Rate Sensitivity and Ductile-Brittle Behavior of Polycrystalline Fe-Si Alloys with 2.5, 3.5 and 4.5Wt Pct Si
Metallurgical Transactions, vol. 2A, 1971, p. 1087-1093
- 3- B. SESTAK, V. NOVAK and S. LIBIVICKY
Cyclic deformation of single crystals of iron-silicon alloys oriented for single slip
Philosophical Magazine, vol. 57, N° 3, 1988, p. 353-381
- 4- J. ALTSTETTER, M. COHEN and B.L. AVERBACH
Effect of Silicon on the Tempering of AISI 43XX Steels
Transactions of the ASM, vol. 55, 1962, p. 287-300
- 5- J. KOUTSKY and J. JEZER
High-temperature properties of 12% Cr steels alloyed with tungsten, molybdenum and vanadium
Journal of The Iron and Steel Institute, 1965, p. 707-714
- 6- D.R. BARRACLOUGH and D.J. GOOCH
Effect of inadequate heat treatment on creep strength of 12Cr-Mo-V steel
Materials Science and Technology, vol. 1, 1985, p. 961-967
- 7- S.A. BASHU, K. SINGH and M.S. RAWAT
Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties and Fracture Behaviour of a 12Cr Mo V Steel
Materials Science and Engineering, vol. A 127, 1990, p. 7-15
- 8- F. KRAFFT
Druckaufgestickte warmfeste Chromstähle
Dissertation, Ruhr-Universität, Bochum, 1990
Fortschrittbericht-VDI Verlag, 1991
- 9- H. GLEITER
Mechanism of grain boundary migration
Scripta Metallurgica, vol. 3, 1969, p. 587
- 10- J.R. MICHAEL, J.G. SPEER and S.S. HANSEN
Communications : Austenite Recrystallisation in Nb/V Microalloyed Steels
Metallurgical Transactions, vol. 18A, 1987, p. 481-483
- 11- H. BERNS and F. KRAFFT
Exchange of carbon by nitrogen in a 12% Cr steel
Compte rendu de la conférence "High Nitrogen Steels HNS 88"
édité par J. FOCT et A. HENDRY, The Institute of Metals, 1989, p. 169-173

12- B. R. ANTHAMATTEN, P.J. UGGOWITZER, M.L. CUI, M.O. SPEIDEL
and G. STEIN
New high nitrogen ferritic steels
ibid 11, p. 58-62

13- J.Z. BRIGGS and T.D. PARKER
The Super 12% Cr Steels
Climax Molybdenum Company, 1965

14- F.B. PICKERING
Some beneficial effects of nitrogen in steel
ibid 11, p. 10-31

15- Atlas of Time-Temperature Diagrams for Iron and Steels
édité par G.F. VANDER VOORT, ASM International, 1991, p. 203

16- K. J. IRVINE and F. B. PICKERING
High-strength 12% chromium steels
Compte rendu de la conférence "Metallurgical developments in
high-alloy steels", Juin 1964

17- D.J. GOOCH
Creep fracture of 12Cr-Mo-V steel
Metal Science, vol. 16, 1982, p. 79-89

18- S.A. BASHU, K. SINGH and M.S. RAWAT
Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties and Fracture Behaviour of
a 12 CrMoV steel
Materials Science and Engineering, A 127, 1990, p. 7-15

19- G.R. SPEICH
Tempering of Low-Carbon Martensite
Transactions AIME, vol. 245, 1969, p. 2553-2565

20- H. BERNS
Technological Aspects of New Martensitic Nitrogen Steels
The Martensitic Transformation in Science and Technology édité
par E. HORNBOGEN et N. JOST, DGM Informationsgesellschaft
Verlag, 1989, p. 389-396

21- F. VANDERSCHAEVE
Influence de l'azote en forte concentration sur les phénomènes de
précipitation dans les aciers
Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de
Lille, 27 Septembre 1993

22- P.J. UGGOWITZER, B.R. ANTHAMATTEN, M.O. SPEIDEL and G.
STEIN
Development of nitrogen alloyed 12% chromium steels
Compte rendu de la conférence internationale "Advances in
Material Technology for Fossil Power Plants", Chicago, 1987, p.
173-180

- 23- V. NOVAK, Z. VICHERKOVA, S. LIBOVICKY, B. SESTAK
Cyclic deformation of Fe-13.6 wt %Cr single crystals
Zeszyty naukowe politechniki gdanskiej, n° 403, 1986, p. 61-71
- 24- J.P. NAYLOR
The Influence of the Lath Morphology on the Yield Stress and Transition
Temperature of Martensitic-Bainitic Steels
Metallurgical Transactions, vol. 10 A, 1979, p. 861-873
- 25- J.M. VITEK and R.L. KLUEH
Precipitation reactions during the heat treatment of ferritic steels
Metallurgical Transactions, vol. 14 A, 1983, p. 1047-1055
- 26- P. DOIG, D.J. CHASTELL and P.E.J. FLEWITT
The Stress Corrosion Susceptibility of a Quenched and Tempered 12 Pct CrMoV
Martensitic Steel
Metallurgical Transactions, vol. 13 A, 1982, p. 913-921
- 27- J.-B. VOGT, G. DEGALLAIX and J. FOCT
Cyclic mechanical behavior and microstructure of 12Cr-Mo-V martensitic
stainless steel
Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures,
vol. 11, n° 6, 1988, p. 435-446
- 28- J. FOCT
HNS : from Science to Technology
Compte rendu de la Conférence "High Nitrogen Steels HNS 90"
édité par G. STEIN and H.WITULSKI, Verlag Stahleisen, 1990, p. 1-
10
- 29- S. KUNIMITSU, T. IWAMOTO, A. HOTTA, Y. SASAKI and Y. HOSOI
Effect of molybdenum and silicon on Laves phase precipitation in 10%
chromium steels
Compte rendu de "International Conference on Stainless Steels"
édité par K. YOKOTA, The Iron and Steel Institute of Japan, 1991,
p. 627-632
- 30- J. YU
Communications: Carbide Stability Diagrams in 2.25 Cr-1Mo Steels
Metallurgical Transactions, vol. 20 A, 1989, p. 1561-1564
- 31- B.R. ANTHAMATTEN, P.J. UGGOWITZER, C. SOLENTHALER, M.O.
SPEIDEL
High-Nitrogen 9-12% Chromium Steels for High-Temperature Applications
ibid 25, p. 436-441

CHAPITRE III

COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12% Cr

CHAPITRE III

COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE ET ENDOMMAGEMENT EN SURFACE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12% Cr

Au cours de ce chapitre, nous étudierons le comportement en fatigue oligocyclique des aciers martensitiques 12% Cr décrits lors du deuxième chapitre. Nous nous intéresserons particulièrement à l'effet de la composition chimique sur l'évolution des contraintes, l'écrouissage cyclique, la durée de vie ainsi que sur la formation d'un endommagement en surface.

III-1 INTERETS DE L'ETUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12%Cr A L'AZOTE

La répétition de sollicitations cycliques peut engendrer la rupture d'un matériau soumis à des cycles d'efforts et ce, même pour des contraintes cycliques relativement faibles et inférieures à la limite d'élasticité du matériau. De nombreuses études, notamment [1], ont montré que l'endommagement par fatigue d'un matériau est lié à la déformation plastique cyclique localisée ou homogène. Pour des alliages subissant de telles sollicitations, la compréhension des mécanismes de déformation cyclique est essentielle pour pouvoir améliorer leur résistance à la fatigue.

Des matériaux tels que les aciers martensitiques 12% Cr, en tant que constituants d'aubes de turbine, subissent des conditions d'utilisation sévères. En régime permanent, des variations de température peuvent être très élevées. En régime transitoire, l'établissement de la contrainte et de la température est toujours déphasé [2]. En plus de bonnes caractéristiques conventionnelles telles que la résistance à la traction et la limite d'élasticité, ces matériaux doivent également présenter de bonnes résistances à la fatigue

oligocyclique, à la propagation de fissures, au fluage.

Les matériaux 12% Cr à l'azote et au carbone ont été largement étudiés en fluage comme nous avons pu le voir lors du premier chapitre. Quelques études ont porté sur la fatigue oligocyclique d'aciers 12% Cr au carbone [3-6]. Quant aux études sur la tenue en fatigue oligocyclique des aciers 12% Cr à l'azote, elles sont inexistantes, alors qu'il existe des études abondantes sur la tenue en fatigue oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques fortement alliés à l'azote [7-10]. Deux raisons principales peuvent expliquer ce phénomène. Les aciers austénitiques à l'azote sont plus faciles à élaborer que les aciers 12% Cr à l'azote. Ainsi il existe une large gamme de nuances austénitiques à l'azote. De plus, les mécanismes de déformation plastique sont plus aisés à étudier dans une structure austénitique que dans une structure martensitique en latte très complexe, qui de surcroît est magnétique.

Face à un manque certain d'informations, il est apparu important d'étudier le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers 12% Cr à l'azote.

Bien que ces aciers aient des températures d'application supérieures à 600°C, il a été nécessaire d'étudier leur comportement à la température ambiante pour déterminer quel(s) paramètre(s) gouverne(nt) le ou les mécanismes de déformation plastique cyclique lors de la fatigue oligocyclique d'aciers martensitiques 12% Cr alliés à l'azote. Ainsi nous avons évité toute interaction avec des phénomènes d'oxydation.

D'après ce que nous avons décrit au chapitre précédent, la martensite revenue des trois aciers étudiés ne présente aucune tétragonalité. La structure intralatte peut donc être considérée cubique centrée. Afin de mieux comprendre le comportement en fatigue oligocyclique des aciers 12% Cr à l'azote, nous nous sommes appuyés sur les connaissances acquises en déformation monotone et cyclique de structures cubiques centrées, tout en ayant toujours présent à l'esprit qu'une structure martensitique en lattes ne peut être complètement équivalente à une structure polycristalline ferritique.

III-2 QUELQUES RAPPELS SUR LA DEFORMATION DES MATERIAUX CUBIQUES CENTRES

III-2-1 Déformation sous sollicitation monotone

Contrairement aux matériaux de structure cubique à faces centrées, les matériaux de structure cubique centrée présentent lors d'une sollicitation monotone unidirectionnelle une contrainte d'écoulement σ qui dépend très fortement de la température (figure III-1 a)), de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et de la présence d'interstitiels [11]. Ce comportement remarquable est lié au rôle particulier des dislocations vis de vecteur de Burgers $a/2\langle 111 \rangle$ dans cette structure.

Sous l'action d'une force extérieure, deux types de force peuvent s'opposer au mouvement des dislocations :

- une force due aux obstacles à longue distance (plusieurs distances atomiques), tels que les précipités, les dislocations dans des plans de glissement parallèles ou des cellules de dislocations ...

- une force due aux obstacles à courte distance (quelques distances atomiques), tels que la friction du réseau, les atomes de solutés...

La contrainte nécessaire au franchissement des obstacles à courte distance est très dépendante de l'activation thermique et de la vitesse de déformation; elle est dite "thermique". La contrainte nécessaire au franchissement des obstacles à longue distance est très peu sensible à l'activation thermique car elle ne dépend de la température que par le module de cisaillement. Elle est donc dite "athermique", et cette contrainte est directement reliée à la densité de dislocations mobiles.

La contrainte d'écoulement peut donc se décomposer en deux termes :

$$\sigma = \sigma^*(T, \dot{\epsilon}) + \sigma_i$$

avec σ^* : la contrainte thermique ou contrainte effective et
 σ_i : la contrainte athermique ou contrainte interne.

Sur la figure III-1 a), on remarque qu'il existe une température de transition repérée T_0 , température athermique et dépendante de la vitesse de déformation. Cette température délimite deux domaines :

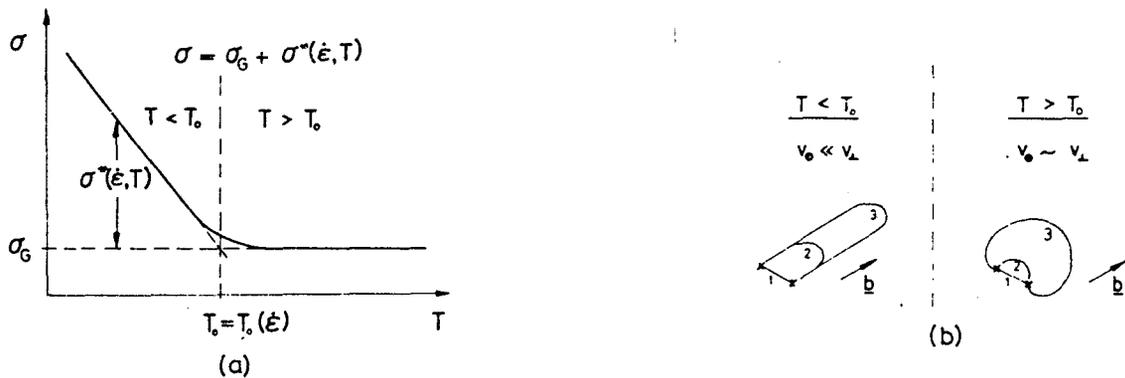


Figure III-1 : Influence de la température sur la déformation des matériaux cubiques centrés : a) Influence de la température sur la contrainte d'écoulement; b) Mode de glissement d'un segment de dislocation à basse température et à haute température [11]
Temperature dependence of the deformation behaviour of b.c.c. : a) Temperature dependence of the flow stress ; b) Glide mode of dislocation segment at low and intermediate temperatures [11]

Ces deux domaines sont :

•Domaine dit "basse température" ($T < T_0$)

dans ce domaine les dislocations vis possèdent une structure de coeur étendue et dissociée sur plusieurs plans de type $\{110\}$ ou $\{112\}$. Ces dislocations sont donc très peu mobiles, ce qui entraîne une friction de réseau très élevée qui dépend fortement de la température. Dans ce domaine, σ^* est largement supérieure à σ_i . Les dislocations coins sont beaucoup plus mobiles que les dislocations vis et leur mobilité dépend peu de la température. La formation de la microstructure est uniquement contrôlée par la faible mobilité des dislocations vis. On

observe alors de longues boucles de dislocations allongées dans les directions vis (figure III-1 b)) [12].

En général, le mode de déformation qui opère est le glissement. Mais dans le cas d'une activation thermique très faible, le glissement peut devenir très difficile et le matériau se déforme par maclage mécanique. Dans une matrice ferritique Fe-26% Cr-1% Mo, du maclage mécanique a été observé lors de l'introduction de nickel dont la présence augmente fortement les forces de friction de réseau [13].

•Domaine dit "haute température" ($T_0 \leq T$)

le glissement dévié étant un processus thermiquement activé, l'augmentation progressive de la température efface progressivement les forces de friction du réseau et permet aux dislocations vis de passer d'une position de coeur étendue sessile à une position de coeur planaire glissile. Dans ce domaine de température, les dislocations vis et coins ont des vitesses semblables ce qui permet aux sources de Franck et Read d'opérer (figure III-1 b)). Les interactions à longue distance deviennent alors prédominantes sur les interactions locales et σ_i est très largement supérieure à σ^* . Ce comportement est semblable à celui rencontré dans une structure cubique à faces centrées. Des boucles de dislocations isotropes sont alors observées [12].

Un tel comportement peut également être observé à basse température si la solution solide contient une forte concentration en éléments d'alliage qui provoquent une diminution de la vitesse des dislocations coins.

Etant donné le caractère activé des forces de friction, une vitesse de déformation élevée favorisera la formation d'une microstructure de type "basse" température alors qu'une faible vitesse favorisera plutôt la formation d'une microstructure de type "haute" température.

La température de transition T_0 du fer- α se situe vers 20°C pour une faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} < 10^{-5} \text{ s}^{-1}$). Cette température est bien plus élevée pour les vitesses de déformation supérieures à 10^{-4} s^{-1} .

Les vitesses de déformation conventionnelles en fatigue oligocyclique étant en général supérieures à 10^{-4} s^{-1} , la déformation en sollicitation cyclique du fer- α à température ambiante sera dans la plupart des cas contrôlée par un mode de déformation "basse" température.

III-2-2 Déformation sous sollicitation cyclique

En sollicitation cyclique, le degré de réversibilité de la déformation entre traction et compression constitue un facteur important et est étroitement lié à la possibilité qu'ont les dislocations à s'annihiler par glissement dévié.

Les connaissances sur le comportement des dislocations dans une structure cubique centrée sous sollicitation monotone permettent de prévoir une forte influence de la température et de la vitesse de déformation sur le comportement cyclique des matériaux cubiques centrés.

Des études en sollicitation cyclique de monocristaux de fer- α pur et d'alliages de fer pur ont permis de dégager deux grandes caractéristiques. D'une part, une asymétrie de contrainte entre traction et compression est d'autant plus forte que la vitesse de déformation est élevée. Elle apparaît quand le glissement des dislocations vis a lieu sur les mêmes systèmes en traction et en compression et que ces systèmes ne sont pas équivalents dans les deux sens du cisaillement ou alors quand les systèmes de glissement sont différents en traction et en compression [14,15]. L'asymétrie de contrainte dépend donc de l'orientation cristallographique du monocristal. D'autre part, un changement de forme du cristal est d'autant plus marqué que la vitesse de déformation et le niveau de déformation sont importants. Il est lié aux changements dans les systèmes de glissement et/ou à l'amplitude du glissement entre la traction et la compression [14,16].

Ainsi lors de sollicitations cycliques de polycristaux, pour une déformation plastique suffisamment élevée, l'apparition d'une déformation en surface provoquée par les changements de forme des grains a lieu plus rapidement à "haute" vitesse de déformation et mène à un amorçage de fissures intergranulaire par des effets d'incompatibilités de déformation aux joints de grains conjugués à un effet d'entaille [14]. Si le niveau de déformation plastique est faible, les dislocations vis sont immobiles. La déformation plastique est accommodée par le mouvement de va-et-vient des parties coins. La réversibilité de la déformation est très grande et on est proche de la limite de fatigue [12].

Pour des vitesses de déformation dites "basses", situées en deçà d'une vitesse de déformation critique, le glissement dévié des dislocations vis

est favorisé. Le comportement des polycristaux cubiques centrés se rapproche de celui des polycristaux cubiques à faces centrées possédant un fort rapport $\Gamma/\mu b$ (Γ =énergie de faute d'empilement). L'effet d'asymétrie est négligeable. Un endommagement se produit dans chaque grain. La déformation se localise dans des bandes de glissement et ce plus rapidement qu'à "haute" vitesse de déformation. Il y a formation de bandes persistantes de glissement qui traduisent une grande irréversibilité de la déformation entre traction et compression. On observe un amorçage transgranulaire des fissures dans les bandes persistantes de glissement [14].

Dans des matériaux cubiques centrés de haute pureté, la formation de bandes persistantes de glissement comparables à celles trouvées dans les structures cubiques à faces centrées est très difficile du fait de la configuration particulière des dislocations. Leur formation est favorisée par des "basses" vitesses de déformation et par des teneurs en interstitiels élevées [14].

Dans des aciers ferritiques Fe-3Si et Fe-26Cr-1Mo [14], la vitesse de déformation critique séparant les deux modes d'amorçage de fissures est fortement influencée par la composition chimique, le niveau de déformation et la taille de grains.

De la déformation par maclage est observée au cours des tous premiers cycles de la durée de vie en fatigue de l'acier Fe-26% Cr-1% Mo-5% Ni. C'est ensuite de la déformation par glissement qui opère [13].

III-3 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III-3-1 Les essais de fatigue oligocyclique

III-3-1-1 La machine de fatigue

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés sur une machine servohydraulique MTS de capacité maximale 100 kN. Une cellule de mesure de la charge est montée en série avec l'éprouvette. Les déformations longitudinales sont mesurées à l'aide d'un extensomètre à lames et à jauges de déformation collé sur la longueur utile de l'éprouvette. Une description très détaillée de l'installation expérimentale est faite dans [17].

III-3-1-2 Les éprouvettes de fatigue

Les éprouvettes ont été réalisées, pour les trois matériaux étudiés, dans des barreaux cylindriques ayant subi le traitement thermique conventionnel décrit au chapitre précédent (austénitisation à 1050°C durant une demi-heure suivie d'une trempe à l'air et d'un revenu de deux heures à 750°C). Les éprouvettes usinées sont de type cylindrique à têtes lisses, de longueur utile de 10 mm et de diamètre utile de 8 mm pour les aciers 12% Cr à l'azote et de 10 mm pour l'acier 12% Cr au carbone. Une schématisation de ces éprouvettes est donnée sur la figure III-2.

Après usinage, les parties utiles des éprouvettes sont polies mécaniquement dans le sens longitudinal au papier abrasif de grade 400, 600, 1000 et 1200. Puis elles subissent un polissage électrolytique qui consiste en une dissolution anodique de la surface du métal dans un bain (200 ml d'acide acétique + 100 ml d'acide perchlorique + 10 ml d'eau) maintenu vers 12°C. La tension imposée est de 24 V pour une densité de courant de 2mA/mm². Ce dernier polissage permet d'éliminer toutes les irrégularités de surface.

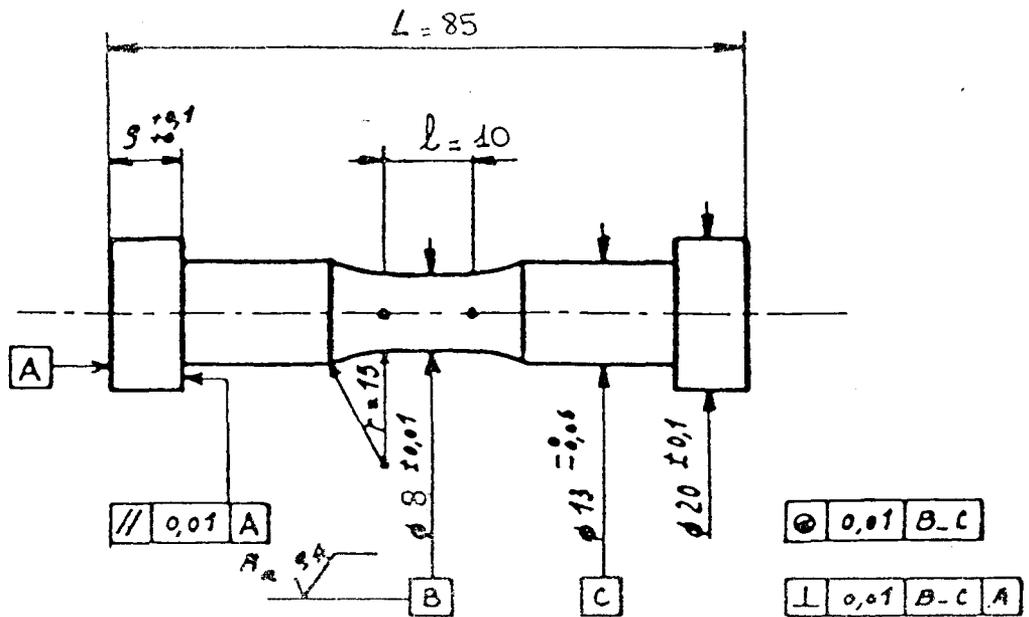


Figure III-2 : Schématisation des éprouvettes de fatigue
Low cycle fatigue specimen configuration

III-3-1-3 Conduite des essais et paramètres mesurés

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés à la température ambiante sous une vitesse de déformation totale constante et égale à $\dot{\epsilon} = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Tous les essais ont été menés à variation de déformation totale imposée $\Delta\epsilon_t$. Le signal de déformation est triangulaire symétrique ($R_\epsilon = -1$).

Cinq niveaux de variation de déformation totale ont été étudiés pour l'acier N-Si : $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$, 1.0% , 1.2% , 1.6% et 2.0% . Seules les variations de déformation $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ et 1.6% ont été étudiées pour l'acier N. Les résultats des essais menés à $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$, 0.8% , 1.0% , 1.6% et 2.5% pour l'acier C-Si sont issus de [18, 3, 4]. Deux essais par niveau de déformation ont été effectués. Les essais sont conduits jusqu'à rupture afin de pouvoir examiner les faciès de rupture.

Un enregistreur à deux voies relève tout au long de l'essai la variation de la charge ΔF en fonction du nombre de cycles. Une table traçante X-Y permet de relever, à partir des signaux de la cellule de charge et de l'extensomètre, les boucles d'hystérésis (représentation de la charge F en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée

$\Delta\varepsilon_t/2$). En parallèle, un logiciel fait également l'acquisition des boucles d'hystérésis et permet leur dépouillement. Il calcule directement pour chaque alternance et chaque cycle quelques caractéristiques classiques de la fatigue plastique telles que :

- l'amplitude de contrainte en traction et en compression
- la variation de contrainte sur un cycle
- les variations de déformations totale, $\Delta\varepsilon_t$, plastique, $\Delta\varepsilon_p$, et élastique, $\Delta\varepsilon_e$, sur un cycle

Les premiers quarts de cycle d'essais à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ pour les aciers N et C-Si et $\Delta\varepsilon_t=2.0\%$ pour l'acier N-Si sont utilisés pour déterminer les paramètres d'érouissage monotone.

La figure III-3 donne la nomenclature des termes et symboles utilisés en fatigue.

Le critère de rupture adopté, soit N_r la durée de vie, correspond à une diminution de 25% de la variation de contrainte $\Delta\sigma$ stabilisée.

Le cycle de référence correspond à la moitié de la durée de vie N_r définie précédemment. C'est sur cette boucle de référence que les valeurs des variations de la charge stabilisée, des déformations stabilisées totale, plastique et élastique ont été mesurées.

III-3-2 Moyens d'observation

III-3-2-1 Microscopie optique

Une loupe binoculaire a permis de suivre au cours des polissages mécanique et électrochimique l'état de surface des éprouvettes de fatigue.

Un banc macro a permis d'avoir une vue globale des faciès de rupture.

Etant donné la forme cylindrique des éprouvettes et la faible résolution du microscope optique, l'observation de la surface latérale des éprouvettes cyclées en microscopie électronique à balayage est plus adéquate.

l_0 = longueur initiale du corps d'essai
 $l = l_0 (1 + e)$ = longueur pour un allongt e
 l_u = longueur ultime

E = module d'élasticité
 ν_e = module de Poisson élastique
 ν_p = module de Poisson plastique

F = charge appliquée
 E (N/mm²)
 $R_{0,002}$ (N/mm²)
 R_m (N/mm²)
 A (%)
 Z (%)

} grandeurs conventionnelles
 définies selon la norme
 NF A 03 151

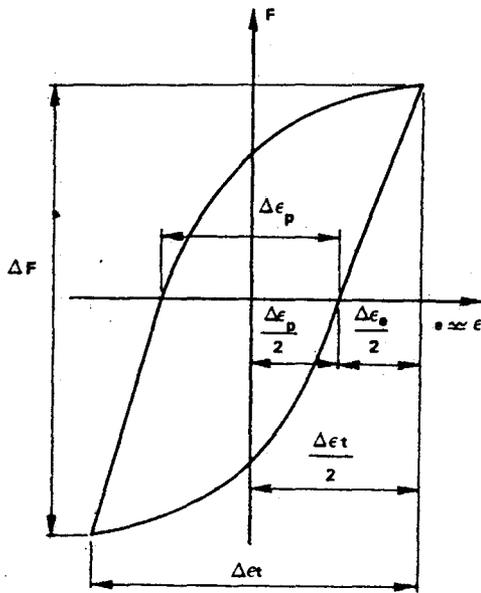
a - éprouvette

ϕ_0 = diamètre initial
 S_0 = section initiale
 S = section pour un allgt e avec $S_0 l_0 = S l$
 S_u = section ultime

b - essai de traction

$\sigma = \frac{F}{S}$ = contrainte rationnelle
 $\epsilon = L_n \frac{l}{l_0} = L_n (1 + e) \quad (1)$
 $\epsilon_R = L_n \frac{S_0}{S_u}$ = 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
 $\Delta \sigma = \frac{\Delta F}{S}$ = variation de contrainte
 $\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2}$ = amplitude de contrainte
 $\epsilon_a = \frac{\Delta \epsilon}{2}$ = amplitude de déformation

} valeurs du cycle stabilisé

$\Delta \epsilon_p, \Delta \epsilon_e, \Delta \epsilon_t, \Delta F, \Delta \sigma, \dots$ = valeurs se référant au $i^{\text{ème}}$ cycle

σ_{a0} = amplitude de contrainte
 ϵ_{p0} = amplitude de déformation plastique

} au premier
 1/4 cycle (2)

N_R = nombre de cycles à rupture
 m = exposant de la loi de COFFIN - MANSON
 $\Delta \epsilon_p = C_p \times N_R^{-m}$
 p = exposant de la loi $\Delta \epsilon_e = C_e \times N_R^{-p}$
 n' = exposant de la loi de consolidation cyclique $\sigma_a = K' \left[\frac{\Delta \epsilon_p}{2} \right]^{n'}$
 n = exposant de la loi de consolidation monotone (premier 1/4 cycle)
 $\sigma_{a0} = K \left[\epsilon_{p0} \right]^n$

d - Unités

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

- (1) Pour les essais de fatigue oligocyclique conduits jusqu'à $e = \pm 2\%$, on a confondu e et ϵ .
- (2) Dans le cas où le matériau se durcit (ou s'adoucit) sous sollicitation cyclique σ_{a0} et ϵ_{p0} sont légèrement différents de $\frac{\Delta \sigma_1}{2}$ et $\frac{\Delta \epsilon_{p1}}{2}$ respectivement

Figure III-3 : Nomenclature des termes et symboles utilisés en fatigue oligocyclique [19]

Low cycle fatigue term and symbol nomenclature [19]

III-3-2-2 Microscopie électronique à balayage

Les analyses en microscopie électronique à balayage ont été réalisées sur un microscope Philips 525 M en électrons secondaires. Elles ont permis d'observer l'endommagement en surface et l'étude fine des faciès de rupture.

III-4 INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS MARTENSITIQUES 12 % Cr

III-4-1 Résultats mécaniques

III-4-1-1 Tableaux de résultats

Les résultats obtenus lors des essais de fatigue oligocyclique ont été regroupés dans les tableaux III-4 pour l'acier N-Si, III-5 pour l'acier N. Pour l'acier C-Si, les résultats présentés dans le tableau III-6 sont issus de [18, 3, 4].

Dans chacun des tableaux, le nombre de cycles à rupture, N_r défini précédemment, les variations de déformation totale, $\Delta\varepsilon_t$, plastique, $\Delta\varepsilon_p$, élastique, $\Delta\varepsilon_e$, et l'amplitude de contrainte repérée au cycle stabilisé, soit à $N_r/2$, ainsi que l'amplitude de contrainte maximale sont notés pour chaque essai.

III-4-1-2 Comportement mécanique cyclique

III-4-1-2-a Evolution des contraintes

Les figures III-7 a), III-7 b) et III-7 c) présentent l'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle semi-logarithmique pour chacun des matériaux. Ces trois figures mettent en évidence la phase d'accommodation.

Les figures III-8 a), III-8 b) et III-8 c) donnent en échelle linéaire l'évolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie $\frac{100 * N}{N_r}$. Ces trois figures mettent en évidence la phase de saturation qui occupe plus de la moitié de la durée de vie des matériaux cyclés en fatigue.

Pour tous les essais, la valeur absolue de la contrainte maximale de compression $|\sigma_c|$ est toujours supérieure à la contrainte maximale de traction σ_t . Le rapport $X = 100 * (|\sigma_c| - \sigma_t) / |\sigma_c|$ a été calculé au cours du cyclage pour chaque essai. Pour les aciers C-Si et N, X est constant

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FO 52	18277	0.657	0.137	0.520	492	553
FO 53	6000	1.037	0.461	0.576	524	600
FO 61	5471	1.035	0.424	0.611	546	658
FO 63	3454	1.243	0.627	0.616	561	656
FO 64	2107	1.244	0.631	0.613	585	673
FO 54	1020	1.648	1.027	0.621	594	674
FO 60	854	1.646	0.994	0.652	616	698
FO 58	780	2.056	1.348	0.708	640	726
FO 59	866	2.065	1.388	0.677	658	749

T= 300 K

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

Tableau III-4 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N-Si

Low cycle fatigue results of the N-Si steel

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FO 83	22985	0.654	0.181	0.473	430	496
FO 86	18661	0.659	0.162	0.498	446	525
FO 84	2654	1.660	1.034	0.626	533	631
FO 85	2190	1.662	1.119	0.543	531	621

T= 300 K

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

Tableau III-5 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N

Low cycle fatigue results of the N steel

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{\max} (MPa)
1	21555	0.596	0.160	0.436	440	-
2	21138	0.590	0.152	0.438	434	-
3	15896	0.596	0.144	0.452	444	-
4	15647	0.596	0.148	0.448	434	-
5	10201	0.786	0.274	0.512	456	-
6	7852	0.796	0.308	0.488	468	-
7	7602	0.782	0.296	0.486	474	-
8	4051	0.992	0.480	0.512	494	-
9	3905	0.988	0.472	0.516	486	-
10	1827	1.586	0.962	0.624	540	586
11	1517	1.594	1.030	0.564	523	-
12	680	2.476	1.822	0.654	642	-
13	425	2.478	1.830	0.648	636	-

$T = 300 \text{ K}$

$\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Tableau III-6 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier C-Si [18, 3, 4]

Low cycle fatigue results of the C-Si steel [18, 3, 4]

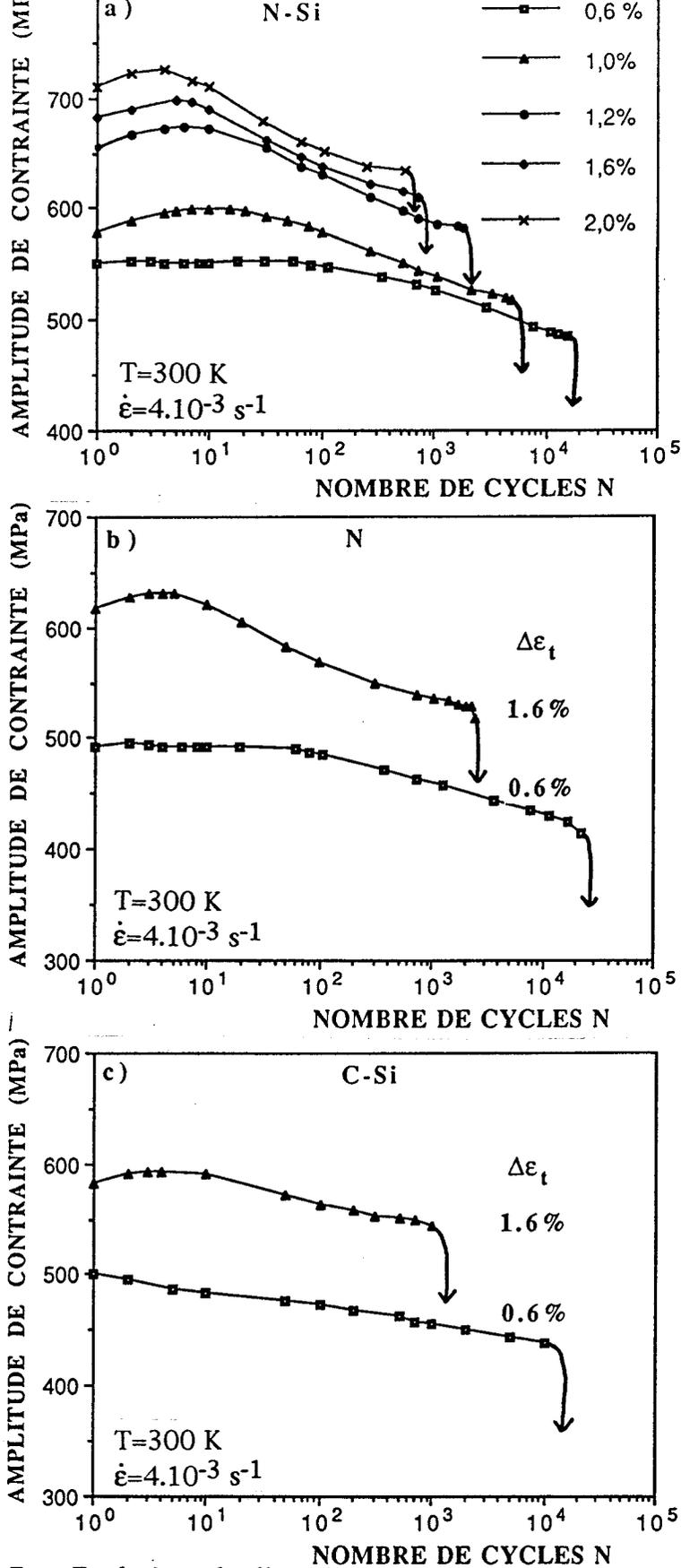


Figure III-7 : Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles : a) pour l'acier N-Si; b) pour l'acier N; c) pour l'acier C-Si

Variation of stress amplitude with the number of cycles :
a) N-Si steel; b) N steel; c) C-Si steel

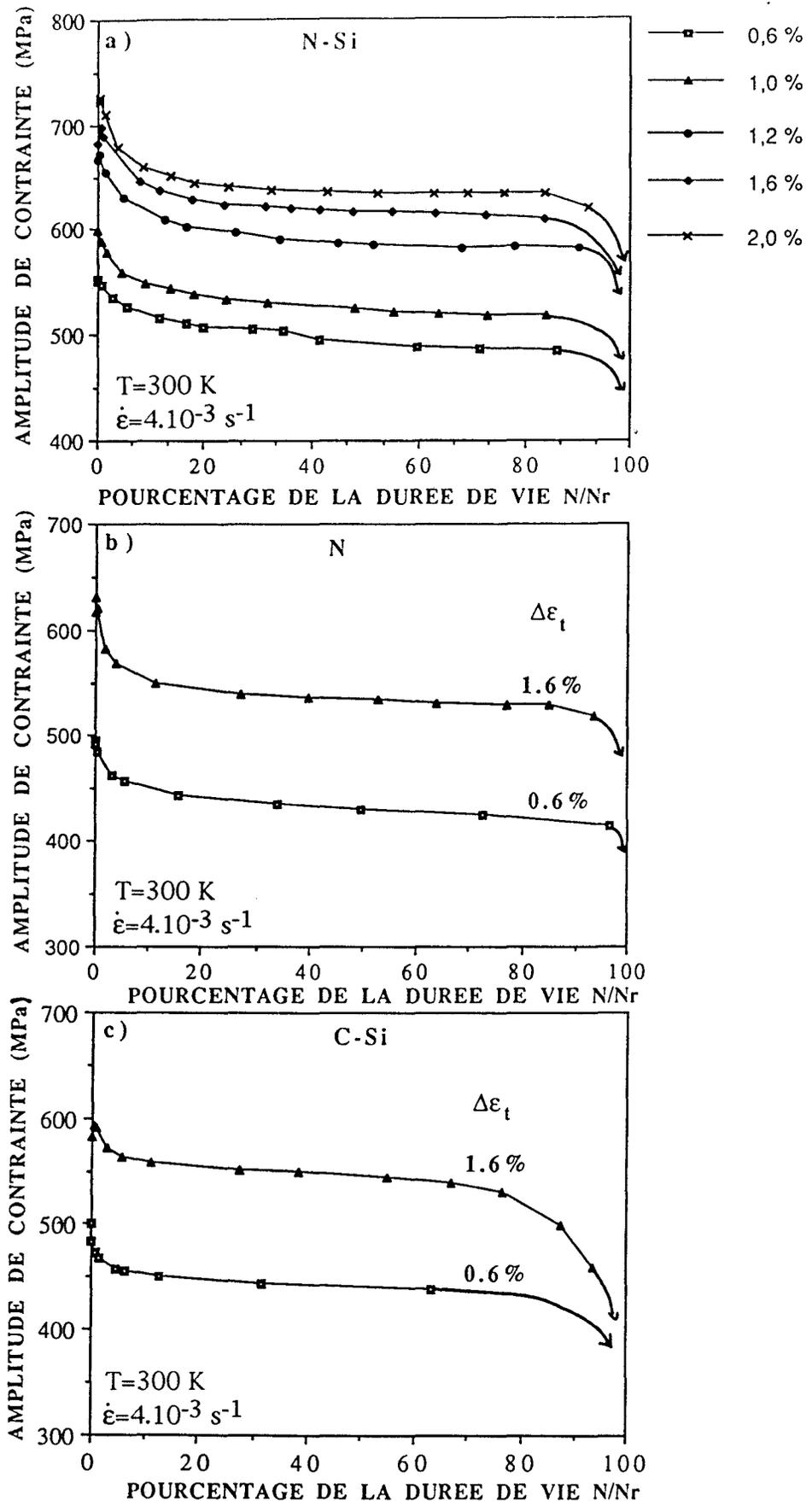


Figure III-8 : Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie N/N_r : a) pour l'acier N-Si; b) pour l'acier N; c) pour l'acier C-Si

Variation of stress amplitude with the fatigue life percentage N/N_r : a) N-Si steel; b) N steel; c) C-Si steel

tout au long du cyclage et vaut en moyenne 3% pour C-Si et 7% pour N. Pour l'acier N-Si, X décroît puis se stabilise vers 5% après moins de 5% de la durée de vie. Les écarts entre les amplitudes de traction et de compression restant faibles, les amplitudes de contrainte représentées correspondent à la moitié de la variation maximale de la contrainte pour chaque cycle.

Pour la plus faible variation de déformation totale imposée ($\Delta\varepsilon_t=0.6\%$), la contrainte est quasi-constante durant les cent premiers cycles puis un adoucissement est observé pour les deux aciers à l'azote. Pour l'acier C-Si, l'accommodation consiste uniquement en de l'adoucissement.

Au-delà de 1%, on observe au cours de la phase d'accommodation de l'acier N-Si, d'abord un durcissement durant quelques cycles, suivi d'un adoucissement. Plus la déformation totale imposée est importante, plus la phase de durcissement initial est courte. Les mêmes observations sont faites pour l'acier C-Si cyclé à différents niveaux de déformation totale imposée ($\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; 0.8%; 1.0%; 1.6%; et 2.5%) [4].

L'acier N présente à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ une phase d'accommodation consistant en un durcissement initial suivi d'un adoucissement.

La phase de saturation est atteinte quand la contrainte tend à se stabiliser. Cette phase est atteinte plus ou moins rapidement suivant l'acier. La saturation est atteinte au bout de 30% de la durée de vie des deux aciers à l'azote pour les différentes déformations totales imposées, alors que dans l'acier au carbone C-Si elle est atteinte plus rapidement, soit environ au bout de 10% de la durée de vie. C'est essentiellement un adoucissement très modéré et constant qui est observé au cours de cette phase pour tous les matériaux. On remarquera que dans tous les cas la contrainte stabilisée est toujours inférieure à la contrainte initiale.

Puis, la contrainte chute brutalement. Cette dernière phase dure entre 5 à 20% de la durée de vie suivant l'acier et correspond à la propagation d'une fissure macroscopique provoquant la rupture finale.

Au cours du traitement thermique que subissent les aciers avant cyclage, une forte densité de dislocations est introduite lors de la trempe. Un revenu de deux heures à 750°C ne permet pas d'éliminer complètement toutes les dislocations produites lors de la transformation martensitique.

Pour les bas niveaux de déformation (inférieurs à 1.0%), on n'observe pas de durcissement initial car la densité de dislocations et de défauts ponctuels présents après le traitement thermique est suffisante pour accommoder la déformation imposée. Par contre, pour des niveaux de déformation supérieurs à 1.0%, une multiplication des dislocations et la création de défauts ponctuels sont nécessaires pour accommoder la déformation imposée, ce qui se traduit par l'observation d'un durcissement initial. Dans l'acier C-Si, il a été observé que l'augmentation de la température d'essai repousse l'apparition du durcissement initial vers les niveaux de déformation plus élevés [4,6]. L'adoucissement issu du durcissement, observé à haut niveau de déformation, occupe une grande partie de la durée de vie des matériaux. Ce type d'adoucissement est en général issu d'interactions entre dislocations et précipités. Ce point sera développé plus tard.

Afin de comparer les niveaux de contrainte obtenus pour les différents matériaux pour des essais à déformation totale commune, les figures III-9 a) et III-9 b) en échelle semi-logarithmique et III-10 a) et III-10 b) en échelle linéaire ont été réalisées. Pour les deux niveaux de déformation représentés, l'acier N-Si présente des amplitudes de contrainte supérieures à celles des deux autres aciers qui présentent des niveaux de contrainte semblables. L'écart de contrainte entre les deux aciers à l'azote reste constant du début à la fin du cyclage pour les deux niveaux de déformation comparés. Il est un peu plus important à haut niveau de déformation (80 MPa) qu'à bas niveau de déformation (65 MPa).

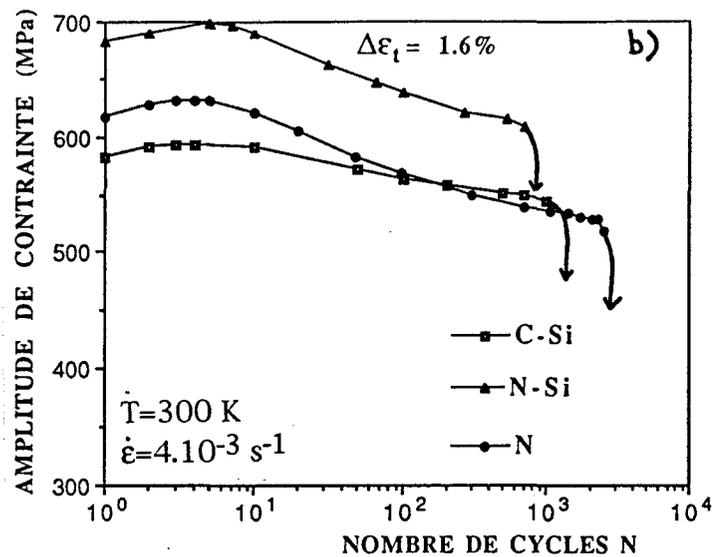
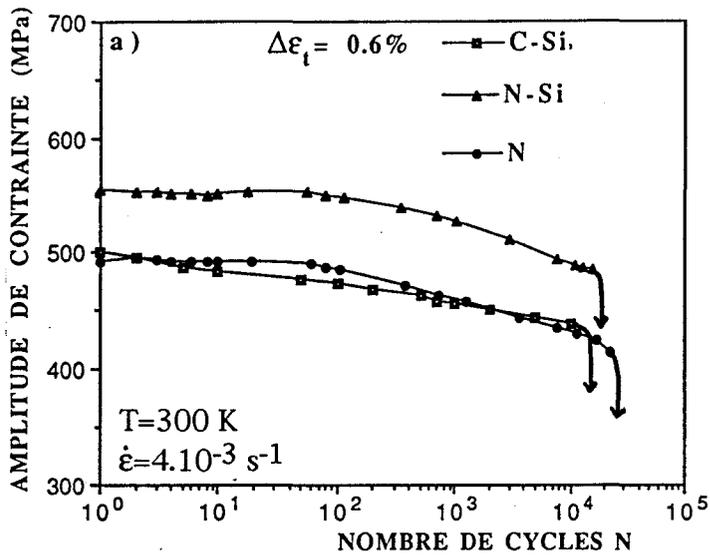


Figure III-9 : Comparaison des phases d'accommodation de l'amplitude de contrainte des trois aciers : a) à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$

Comparison of the accommodation phase of the stress amplitude of the three steels : a) at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$

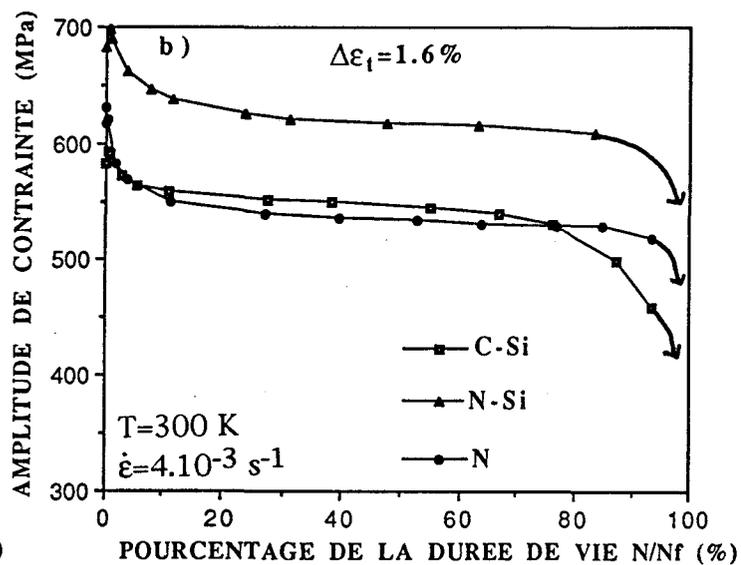
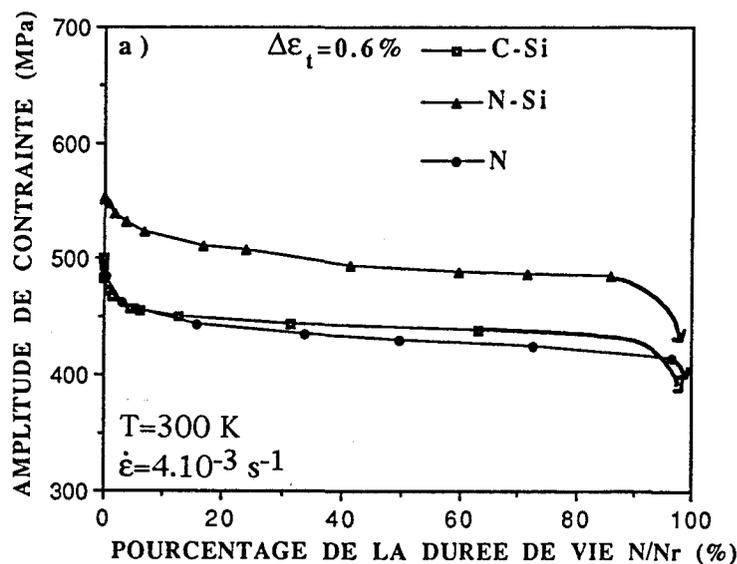


Figure III-10 : Comparaison des phases de stabilisation de l'amplitude de contrainte des trois aciers : a) à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$
Comparison of the stabilization phase of the stress amplitude of the three steels : a) at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$

Pour les trois aciers étudiés, des calculs de taux de durcissement T_d et d'adoucissement T_a ont été faits avec :

$$T_d = (\sigma_{\max} - \sigma_0) / \sigma_{\max}$$

$$T_a = (\sigma_{\max} - \sigma_s) / \sigma_{\max}$$

et : σ_{\max} = la contrainte maximale observée au cours du cyclage
 σ_0 = la contrainte au premier cycle
 σ_s = la contrainte au cycle stabilisé

A bas niveau de déformation, les taux d'adoucissement valent respectivement 11% pour l'acier N-Si, 13.5% pour l'acier N et 12% pour l'acier C-Si. A haut niveau de déformation, le taux de durcissement est comparable entre les trois aciers (compris entre 2% et 3%). Le taux d'adoucissement vaut respectivement 12% pour l'acier N-Si et 15% pour l'acier N. Dans l'acier C-Si, le taux d'adoucissement est inférieur à celui des deux aciers à l'azote et vaut 9%.

III-4-1-2-b Ecrouissage monotone et cyclique

Les courbes d'écrouissage monotone et cyclique de chaque alliage sont données sur les figures III-11 a) et III-11 b) en échelle linéaire et sur les figures III-12 a) et III-12 b) en échelle bilogarithmique. Les courbes d'écrouissage monotone ont été réalisées à partir des premiers quarts de cycle. Les courbes d'écrouissage cyclique ont été réalisées à partir des valeurs d'amplitude de contrainte et de déformation plastique obtenues à la moitié de la durée de vie. Par souci de clarté, deux figures ont été faites. Sur les figures III-11 a) et III-12 a), les aciers C-Si et N-Si, qui diffèrent par leur teneur en interstitiels, ont été regroupés. Sur les figures III-11 b) et III-12 b), ce sont les aciers 12% Cr à l'azote N-Si et N, qui diffèrent par leur teneur en substitutionnels (Si essentiellement), qui ont été regroupés.

Pour les polycristaux, les équations de ces courbes se mettent souvent sous forme de loi puissance :

$$\sigma = k \epsilon_p^n \quad \text{en chargement monotone}$$

$$\sigma_s = k' (\Delta\epsilon_p/2)^{n'} \quad \text{en chargement cyclique}$$

avec : k = le coefficient d'érouissage monotone

k' = le coefficient d'érouissage cyclique

n = l'exposant d'érouissage monotone

n' = l'exposant d'érouissage cyclique

σ_s = l'amplitude de contrainte à saturation

$\Delta\epsilon_p/2$ = l'amplitude de déformation plastique à saturation en %

Le tableau III-13 donne les valeurs de k , n , k' et n' pour les différents aciers. Les paramètres k' et n' ont été calculés pour l'acier N à partir seulement des quatre points expérimentaux.

Un adoucissement cyclique, caractéristique des structures écrouies, est observé pour les trois aciers.

L'érouissage cyclique de l'acier C-Si est bien décrit par une droite (figure III-12 a)) dans le domaine de déformation plastique $0.07\% < \Delta\epsilon_p/2 < 0.5\%$. Au-delà, une discontinuité est observée. De même, pour l'érouissage monotone de cet acier, une discontinuité est observée à haute amplitude de déformation plastique [3]. Une seule droite est également observée aux températures de 20°C, 400°C, 500°C et 600°C pour $\Delta\epsilon_p$ comprise entre 0.1% et 2% dans un acier de composition très proche de celle de C-Si [6].

Pour l'acier N-Si, une rupture de pente est observée vers $\Delta\epsilon_p/2=0.2\%$ sur les courbes d'érouissage monotone et cyclique (figure III-12 a)). La courbe présentée sur la figure III-11 a) étant la transformée de la courbe III-12 a), cela pourrait se traduire sur la courbe d'érouissage cyclique en échelle linéaire de l'acier N-Si par l'apparition d'un plateau vers les faibles déformations.

La courbe d'érouissage cyclique de l'acier N a été construite à partir des quatre points expérimentaux obtenus.

Les valeurs des paramètres n et n' pour l'acier C-Si sont similaires à celles trouvées par [4,20] dans le même type d'acier. Kanazawa et al [6] observent que ce paramètre dans un acier 12% Cr au carbone est indépendant de la température mais qu'il décroît légèrement quand

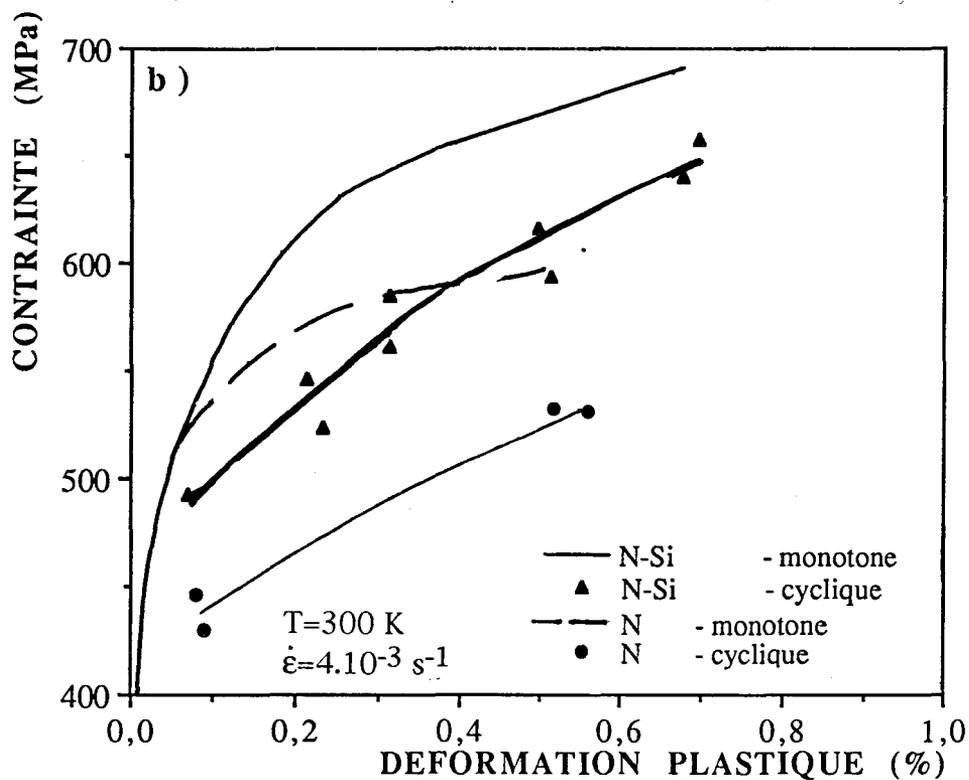
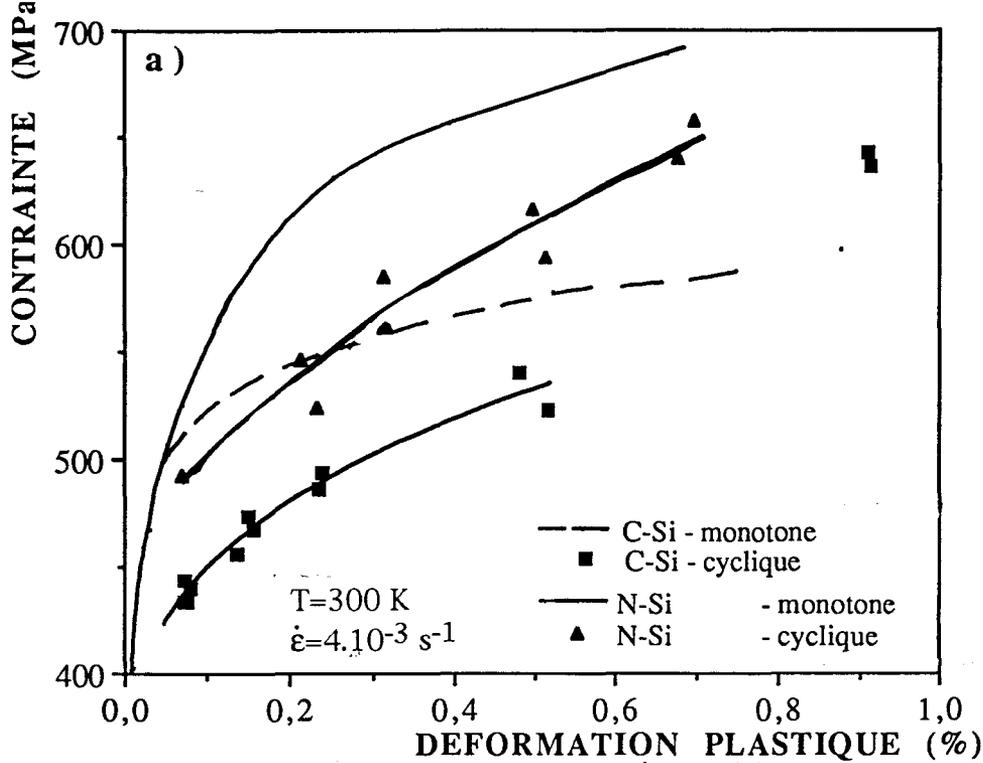


Figure III-11 : Courbes d'écroutissage monotone et cyclique pour les différents aciers en échelle linéaire : a) Comparaison des aciers C-Si et N-Si; b) Comparaison des aciers N-Si et N

Monotonic and cyclic plastic strain-stress curves of the different steels in linear scale : a) Comparison between the C-Si and N-Si steels; b) Comparison between the N-Si and N steels

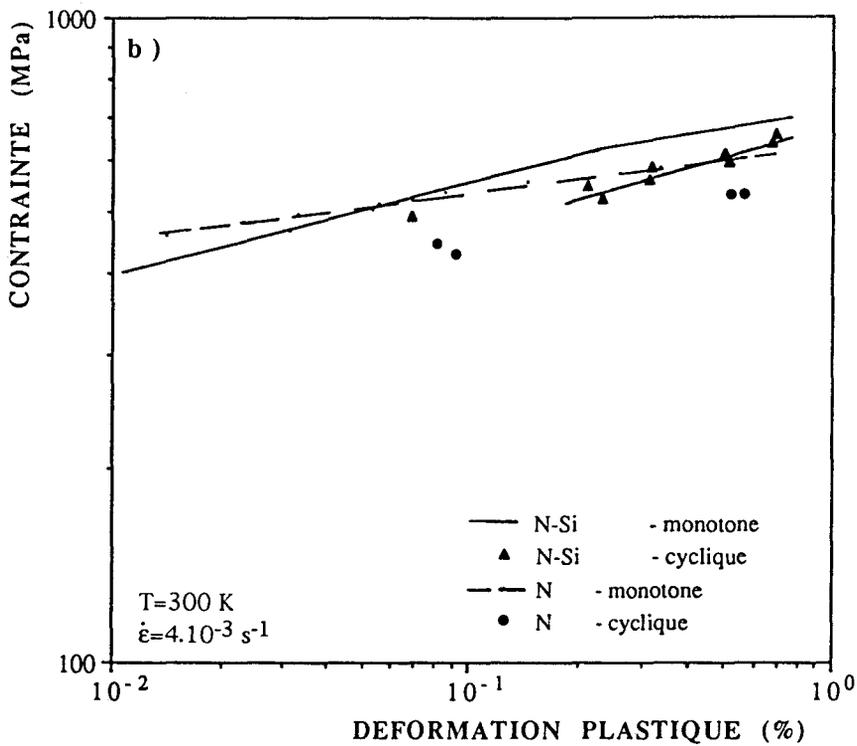
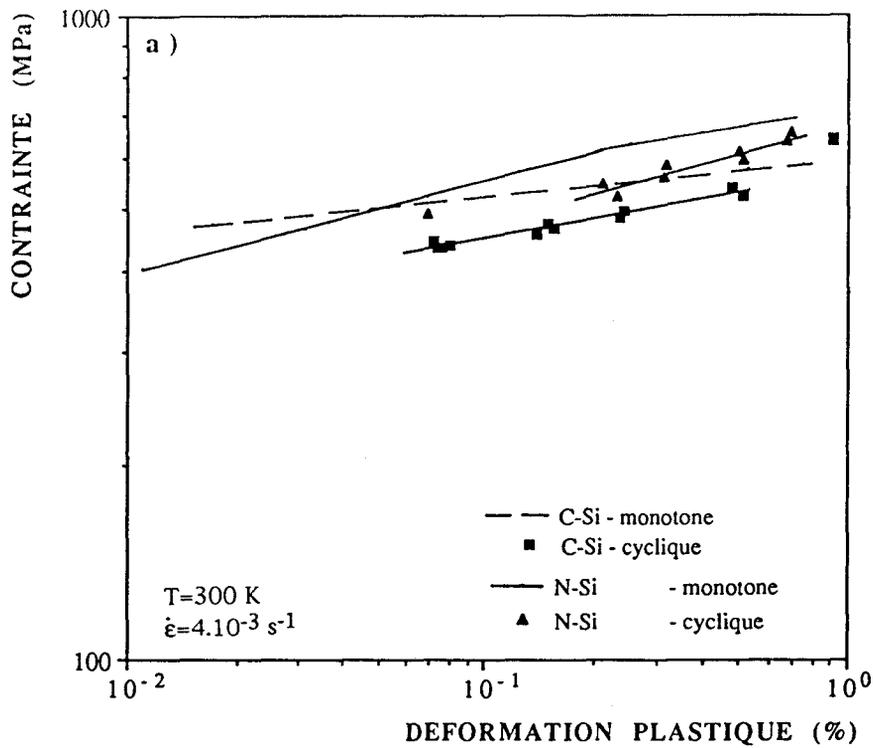


Figure III-12 : Courbes d'écroutissage monotone et cyclique pour les différents aciers en échelle bilogarithmique : a) Comparaison des aciers C-Si et N-Si; b) Comparaison des aciers N-Si et N
Monotonic and cyclic plastic strain-stress curves of the different steels in bilogarithmic scale :
a) Comparison between the C-Si and N-Si steels ;b)Comparison between the N-Si and N steels

Acier	k (MPa)	k' (MPa)	n	n'	ϵ'_f	c	σ'_f	b	Remarque
C-Si	600	568	0.059	0.100	278.8 41.4	-0.764 -0.500	1150	-0.100	$\epsilon_p < 1.0\%$ $\Delta\epsilon_p < 1.0\%$ $\Delta\epsilon_p > 1.0\%$
N-Si	774 715	684	0.145 0.091	0.161	38.3	-0.516	1093	-0.082	$\epsilon_p < 0.2\%$ $\epsilon_p > 0.2\%$ $\Delta\epsilon_p > 0.4\%$
N	635	567	0.073	0.105	-	-	1076	-0.090	

*Tableau III-13 : Paramètres d'érouissage monotone et cyclique des différents aciers
Monotonic and cyclic stress-strain parameters of the steels*

la vitesse de déformation décroît.

Aucune mesure de paramètres monotone et cyclique n'a été faite dans des aciers 12% Cr à l'azote.

Les paramètres cycliques de l'acier N-Si sont bien plus élevés que ceux obtenus pour les aciers C-Si et N qui présentent des valeurs comparables. Pour les trois aciers, l'exposant d'érouissage cyclique est supérieur à l'exposant d'érouissage monotone.

III-4-1-2-c Résistance à la fatigue oligocyclique

Le nombre de cycles à rupture défini précédemment est couramment utilisé pour quantifier la résistance à la fatigue d'un matériau. Les durées de vie obtenues pour les deux niveaux de déformation communs aux trois aciers étudiés sont présentées sur les figures III-14 a) et III-14 b). A bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$), quelle que soit la composition chimique de l'acier, les durées de vie sont équivalentes.

L'échange partiel du carbone par de l'azote et la présence d'éléments substitutionnels tel que le silicium provoquent une forte diminution de la durée de vie à haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$). En effet la durée de vie de l'acier N-Si est presque deux fois plus faible que celle de l'acier C-Si et plus de 2.5 fois plus petite que celle de l'acier N et la durée de vie de l'acier C-Si est 1.5 fois plus faible que celle de l'acier N.

La figure III-15 présente l'évolution de la variation de déformation plastique stabilisée mesurée à $N_r/2$ avec le nombre de cycles à rupture N_r pour les trois aciers étudiés. L'équation des courbes de Manson-Coffin se met sous la forme :

$$\Delta\varepsilon_p = \varepsilon'_f.(N_r)^c$$

Les valeurs de ε'_f et c obtenues pour les aciers C-Si et N-Si sont consignées dans le tableau III-13.

Il apparaît que les alliages C-Si et N ont la même résistance à la fatigue qui est supérieure à celle de l'alliage N-Si, surtout à haut niveau de déformation. Il est nécessaire d'utiliser deux droites de Manson-Coffin

pour décrire correctement les résultats expérimentaux de l'acier C-Si. La rupture de pente dans la courbe de Manson-Coffin disparaît pour des hautes températures [4].

La courbe de Manson-Coffin de l'acier N-Si semble elle aussi composée de deux portions de droite mais des points expérimentaux dans le domaine des faibles déformations ($\Delta\varepsilon_p < 0.4\%$ soit $\Delta\varepsilon_t < 1.0\%$) seraient nécessaires pour confirmer cette tendance. Le manque de points expérimentaux ne permet pas d'établir la courbe de Manson-Coffin de l'acier N. Mais on peut remarquer que la courbe de l'acier N se situera au-dessus des courbes des deux autres aciers.

Si l'on considère maintenant l'évolution de l'amplitude de contrainte stabilisée, repérée à $N_f/2$, avec N_f (figure III-16), l'acier N-Si présente maintenant une meilleure résistance à la fatigue par rapport aux deux autres aciers qui présentent des niveaux de contrainte semblables. Les courbes obtenues sont de la forme :

$$\sigma_s = \sigma'_f.(N_f)^b$$

Les valeurs obtenues pour σ'_f et b pour les trois aciers sont consignées dans le tableau III-13.

Des observations microstructurales sont nécessaires pour comprendre les mécanismes de déformation qui opèrent dans les différents matériaux et aux différents niveaux de déformation étudiés.

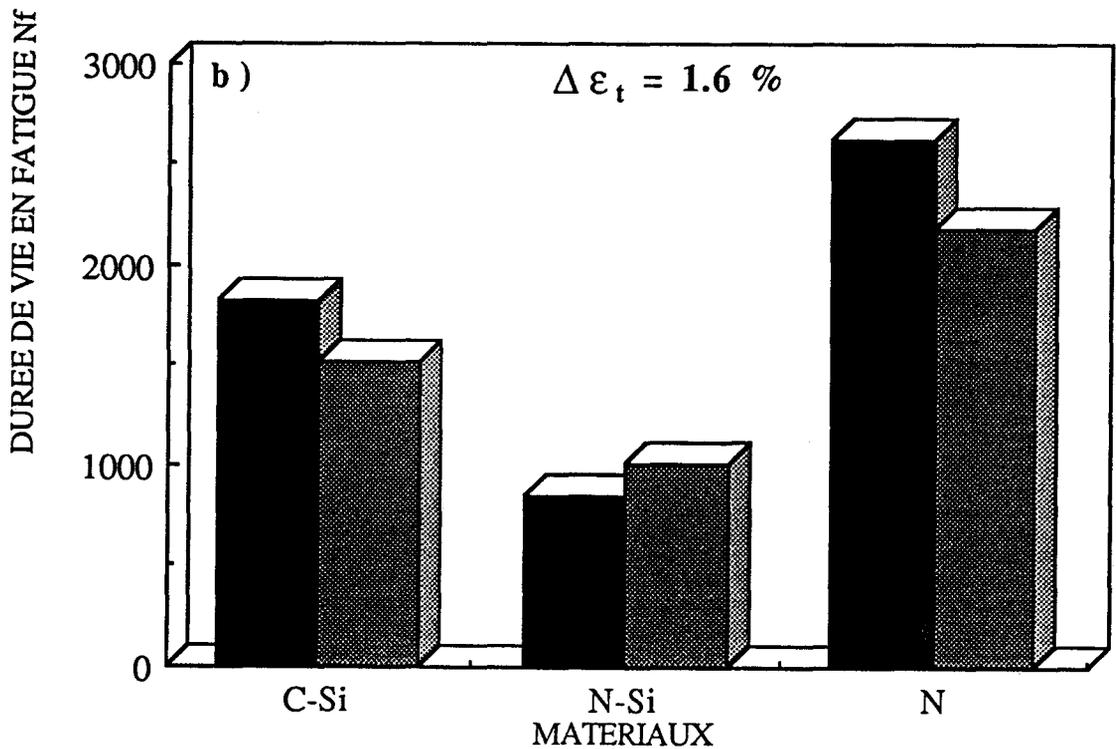
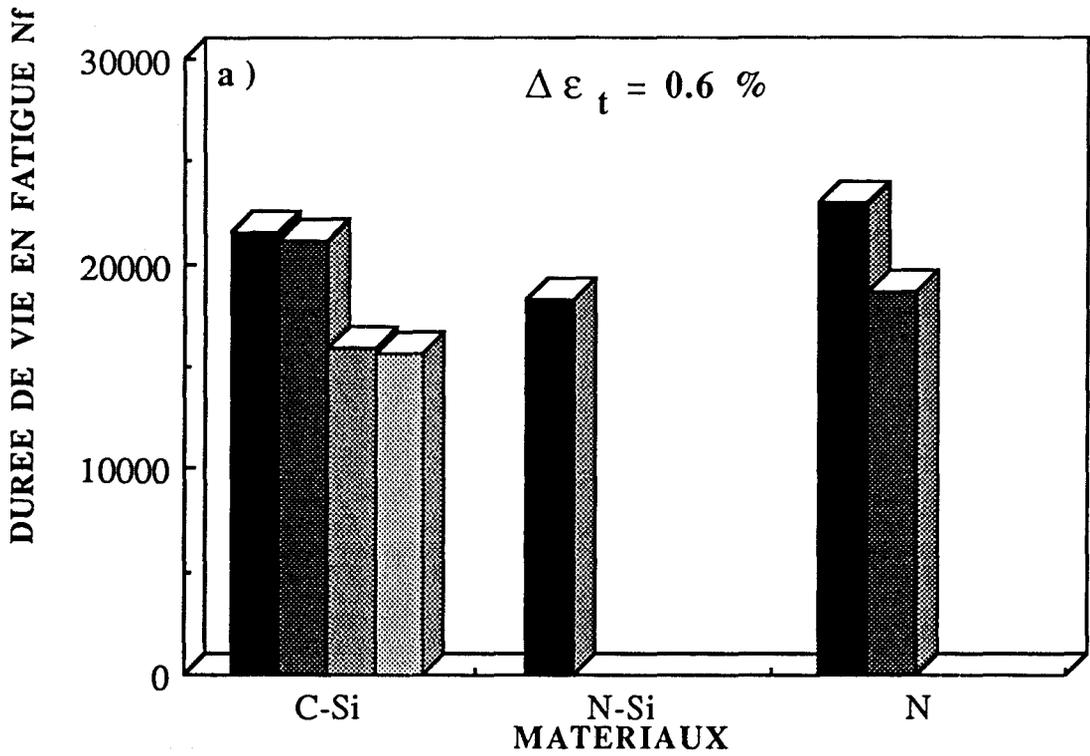


Figure III-14 : Durées de vie en fatigue oligocyclique des aciers C-Si, N-Si et N à différents niveaux de déformation totale : a) à $\Delta \epsilon_t = 0.6\%$; b) à $\Delta \epsilon_t = 1.6\%$

Fatigue lifes of the steels at different total strain ranges : a) at $\Delta \epsilon_t = 0.6\%$; b) at $\Delta \epsilon_t = 1.6\%$

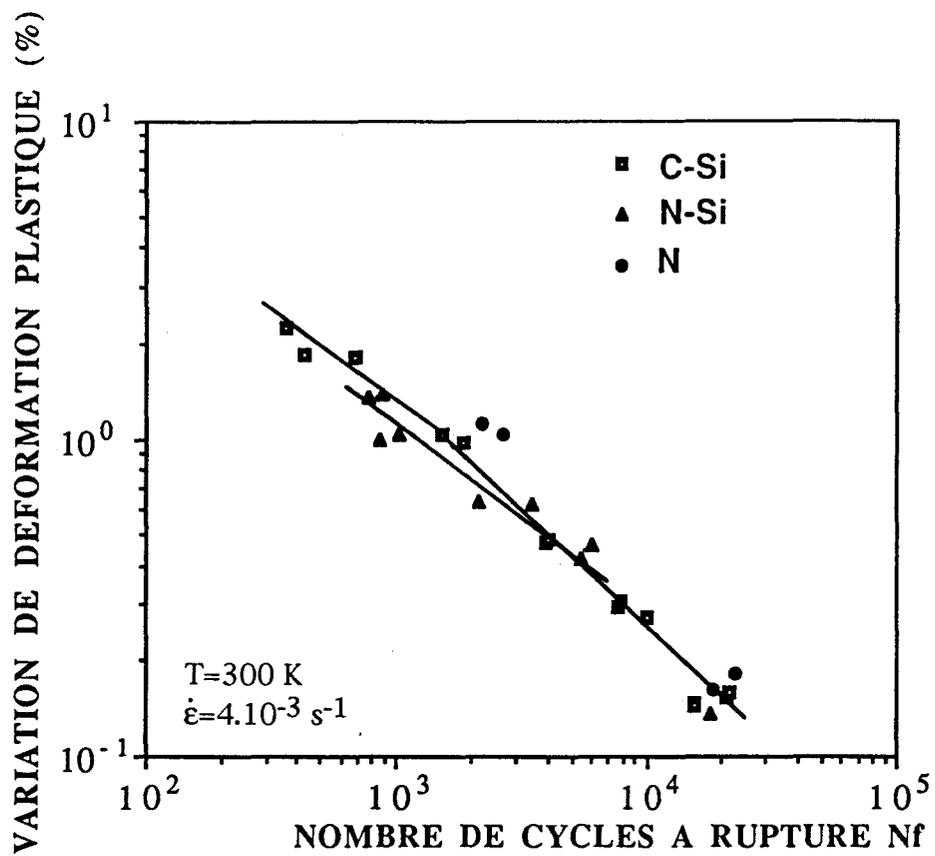


Figure III-15 : Courbes de Manson-Coffin des aciers C-Si, N-Si et N
Manson-Coffin curves of the C-Si, N-Si and N steels

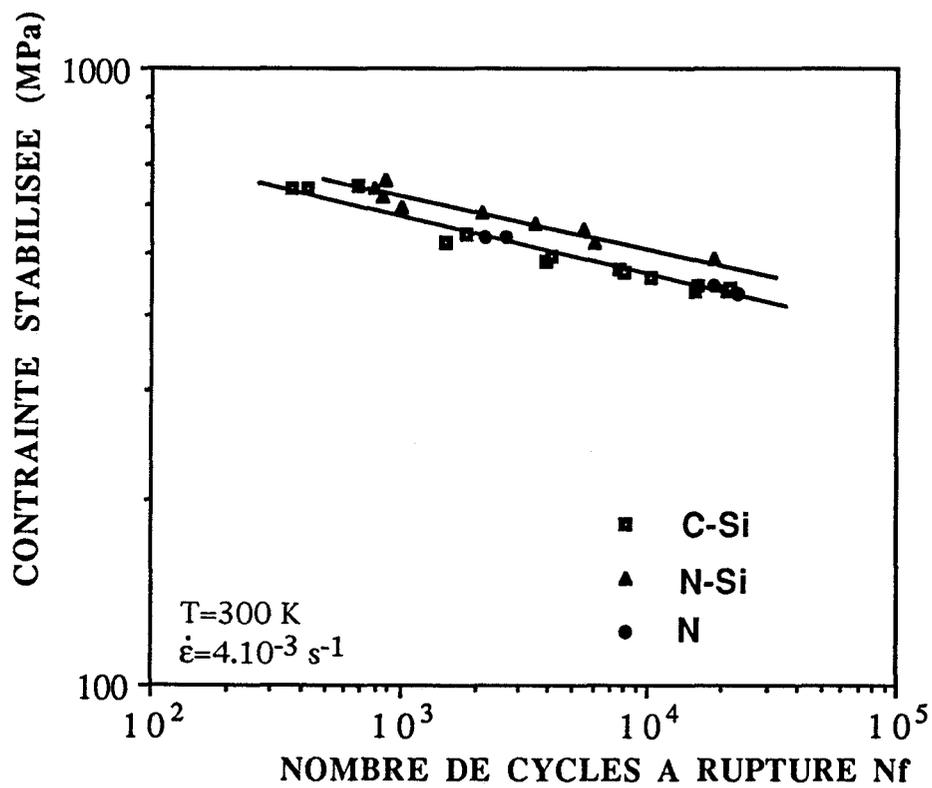


Figure III-16 : Courbes σ_s -Nf des aciers C-Si, N-Si et N
 σ_s -Nf curves of the C-Si, N-Si and N steels

III-4-2 Endommagement en surface et faciès de rupture

III-4-2-1 Quelques rappels sur les mécanismes de formation des extrusions

L'apparition d'une topographie de surface se fait avant l'amorçage de fissures en surface. Elle est directement liée aux structures de dislocations qui se développent en volume. La localisation de la déformation dans des bandes de glissement se traduit en surface par l'apparition de dépressions et de protusions, appelées intrusions et extrusions.

De nombreuses études, dont la finalité est de relier la topographie de surface aux structures de dislocations, ont porté sur des matériaux présentant un arrangement de dislocations en bandes persistantes de glissement (B.G.P.). Ces B.G.P. consistent en des murs compacts de dislocations coins régulièrement espacés, séparés par des canaux de faible densité de dislocations dans lesquels la déformation plastique est accommodée en partie par le glissement des dislocations vis.

Dans du cuivre monocristallin, orienté pour le glissement simple [21-23], présentant un arrangement des dislocations en B.G.P., la déformation cyclique à l'état d'équilibre est caractérisée par le glissement irréversible des dislocations et est gouvernée par l'équilibre dynamique entre la création de dislocations et l'annihilation des dislocations vis dans les canaux et des dislocations coins dans les murs. L'annihilation des dislocations coins provoque la formation de défauts ponctuels. Le déséquilibre de concentration en défauts ponctuels entre la matrice et les B.G.P. entraîne l'empilement de dislocations coins aux interfaces matrice-B.G.P.. Sous l'action d'une contrainte, ces empilements émergent en surface, ce qui conduit rapidement à la formation d'extrusions dont la hauteur e est donnée par : $e=mb/2$ avec m =nombre de dislocations d'interface et b le vecteur de Burgers [23]. Puis au niveau des extrusions, il se développe progressivement une rugosité de surface due au glissement irréversible des dislocations vis dans les B.G.P. Les intrusions-extrusions formées sont à l'origine des microfissures ainsi que les interfaces B.G.P.-matrice en surface. Mughrabi généralise aux polycristaux [21-23] de cuivre la formation des extrusions puis des intrusions observée dans les monocristaux. Ces mécanismes sont toutefois plus compliqués et sujets à discussion.

En effet, dans du cuivre polycristallin [24-26] et un acier doux polycristallin [24], déformés cycliquement à température ambiante à des amplitudes de déformation produisant des B.G.P., Dickson et al, par des essais interrompus [24], montrent que les intrusions se forment avant les extrusions. Ces dernières se forment par un mécanisme de frottement des lèvres de l'intrusion [26,27]. Dans des monocristaux de cuivre, Polak [28] montre également que les intrusions se forment avant les extrusions. Dickson et al font remarquer que les extrusions cachent souvent les intrusions. De plus, les extrusions sont plus facilement observables que les intrusions.

Dans des polycristaux de fer- α , l'apparition en surface d'extrusions-intrusions au niveau des B.G.P. a également été observée [29,30].

Deux types de morphologie d'extrusion, associées à l'arrangement des dislocations en B.G.P., sont observées :

- "ribbon-like" extrusion : extrusion en forme de ruban
- "tongue-like" extrusion : extrusion en forme de langue

Dans du cuivre monocristallin, orienté pour du glissement simple et cyclé à température ambiante, Polak [28] observe les deux types de morphologie. L'apparition de métal extrudé en forme de langue résulte de l'intersection des murs des B.G.P. avec la surface de l'éprouvette. Le cisaillement intense des lèvres d'une intrusion produit par frottement l'apparition en surface d'extrusions en forme de ruban.

Dans du cuivre polycristallin, cyclé à différentes températures, Bayerlein et al [31] observent que la formation d'extrusions, soit sous forme de ruban, soit sous forme de langue, est liée aux systèmes de glissement favorisés. Ainsi, la formation des extrusions en forme de langue apparaît quand le glissement coplanaire est favorisé alors que des extrusions en forme de ruban apparaissent quand le glissement simple est favorisé.

Egalement dans du cuivre polycristallin, Dickson et al [26] observent une influence du niveau de déformation et du pourcentage de la durée de vie sur la morphologie des extrusions. A bas niveau de déformation, un arrangement des dislocations en B.G.P. se produit. Par un mécanisme de frottement de surface d'une fissure fermée, il se forme des

extrusions en forme de langues et dans un état plus avancé des extrusions en forme de ruban. A haut niveau de déformation, les dislocations sont arrangées en cellules désorientées. Une topographie en crêtes et vallées est observée. La formation de ces crêtes et vallées nécessite une activité importante des dislocations sur différents systèmes de glissement.

L'acuité des intrusions entraîne une concentration de contrainte et a fortiori un site d'amorçage de fissures.

Seuls Basinski et al [32,33] et Hunsche et al [34], grâce à l'utilisation d'éprouvettes de cuivre monocristallin à angle parfaitement droit, peuvent différencier une intrusion d'une microfissure et montrent que les microfissures s'amorcent en fond d'intrusions. Cependant une définition différente de la microfissure est donnée suivant les auteurs. Pour Basinski et al [32,33], une microfissure est une intrusion qui a dépassée une taille limite, qui est celle des extrusions en surface. Pour Hunsche et al [34], la microfissure correspond au prolongement de l'intrusion où l'angle d'ouverture est nul alors qu'il vaut 30° pour l'intrusion.

Les mécanismes d'amorçage de fissures dans les B.G.P rendent compte de l'amorçage transgranulaire de la fissure dans un monocristal et dans un polycristal. Mais l'amorçage est-il toujours transgranulaire? La présence de joints de grains dans les polycristaux de structure cubique centrée provoque une forte tendance à la fissuration intergranulaire. Les changements de forme des grains en surface induits par le glissement asymétrique des dislocations sont à l'origine d'amorçage de fissures aux joints de grains. L'effet est particulièrement marqué à amplitude de déformation plastique élevée, à vitesse de déformation élevée et à basse température.

La présence d'éléments interstitiels dans des structures cubiques centrées (carbone et azote) peut favoriser un mode d'amorçage. Si ces éléments fragilisent les joints de grains en y ségrégeant, l'amorçage de fissures intergranulaire sera favorisé. Si ces éléments sont en concentration élevée dans la solution solide, la mobilité des dislocations coins se trouve réduite à cause de leurs fortes interactions avec les atomes interstitiels. Dislocations vis et coins ont alors des vitesses et des

densités comparables. On se rapproche du domaine dit "haute" température et l'amorçage transgranulaire est favorisé.

L'effet de la taille de grain sur le mode d'amorçage de fissures dans les structures cubiques centrées est assez peu étudié. Dans un acier ferritique Fe-26% Cr-1% Mo, Magnin et al [14] trouvent que la taille de grain modifie la relation qui lie le mode d'amorçage de fissures à la vitesse de déformation. En effet, une augmentation de la taille de grain réduit la contrainte interne σ_i sans affecter la contrainte effective σ^* . Une fissuration intergranulaire est alors favorisée. Mais dans la plupart des cas, l'effet de la taille de grain est secondaire par rapport à l'effet de la vitesse de déformation [35].

Dans un acier bas carbone [29] ainsi que dans du cuivre polycristallin [36], l'amorçage des fissures se produit à la fois au niveau des extrusions-intrusions à l'intérieur des grains et des joints de grains les plus favorablement orientés.

La vitesse de croissance des fissures est gouvernée par la contrainte locale et le champ de déformation en fond de fissure. Lors de la croissance des microfissures, les joints de grains peuvent jouer des rôles différents. Dans un acier bas carbone [29], le joint de grain est un obstacle à la propagation des fissures amorcées à l'intérieur des grains, alors que les microfissures amorcées plus tardivement aux joints de grains se développent plus facilement. Dans du cuivre polycristallin [36], le joint de grain est un chemin pour la propagation et la coalescence des fissures amorcées aux joints de grains.

Les nombreuses microfissures qui se développent en surface de matériaux sollicités dans le domaine de la fatigue oligocyclique peuvent être classées en quatre types différents suivant leur longueur en surface [12]. Les microfissures amorcées à partir des extrusions-intrusions et dont la taille en surface est inférieure à celle de la taille de grain sont appelées de type I. Ce type de fissures qui se forment en continu a une densité en surface qui est considérable.

Par croissance cristallographique et par coalescence, les fissures de type I donnent naissance à des fissures de type II (longueur comprise entre une et trois tailles de grain) avec franchissement des joints de grains.

Puis, par interactions et propagation de fissures, des fissures de type III (longueur comprise entre trois et dix tailles de grain) se forment et s'orientent perpendiculairement à la contrainte appliquée.

Une grande caractéristique de la fatigue oligocyclique est que durant une grande partie de la durée de vie, la profondeur des fissures est inférieure à la taille de grain.

La ou les fissures de type IV qui se forment (longueur supérieure à dix tailles de grain) se propagent en volume et mènent à la rupture finale.

Dans des matériaux présentant des structures cristallographiques différentes, des durées de vie et des niveaux de contrainte différents, un amorçage de fissure différent, l'évolution de la densité de chaque type de fissures en fonction du pourcentage de la durée de vie est apparue identique. La répartition en surface des microfissures apparaît être un bon paramètre pour quantifier l'endommagement. Pour un grand nombre de matériaux, la simulation de l'endommagement dans le domaine oligocyclique est possible [37].

Afin d'obtenir des informations sur l'amorçage et la propagation des fissures, l'examen de l'endommagement en surface des fûts d'éprouvettes et des faciès de rupture a précédé l'examen des microstructures de dislocations développées après cyclage.

III-4-2-2 Endommagement en surface des fûts d'éprouvettes après rupture

Afin d'étudier l'influence du niveau de déformation sur l'endommagement en surface suivant la composition chimique de l'acier, deux niveaux de déformation (un bas niveau de déformation : $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ et un haut niveau de déformation : $\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$), communs aux trois matériaux, ont été analysés.

Nous avons eu des difficultés à distinguer microfissures et intrusions. Par ailleurs, le lecteur pourra apprécier la difficulté dans l'observation des extrusions où un grandissement d'environ 10000 peut s'avérer indispensable.

L'état de surface des éprouvettes après le polissage final électrolytique n'est pas lisse mais présente une rugosité. Les grains et paquets de lattes sont en général identifiables.

Après cyclage jusqu'à rupture, chacun des matériaux étudiés, C-Si, N-Si et N, présente un endommagement en surface qui se présente sous forme d'extrusions et de microfissures. En général, les extrusions formées pour les différents matériaux sont orientées préférentiellement à 45° ou 90° par rapport à l'axe de sollicitation. La taille, la répartition et la densité des extrusions et des microfissures diffèrent suivant les aciers.

III-4-2-2-a Endommagement en surface à bas niveau de déformation

Dans l'acier C-Si, de longues extrusions isolées sont réparties sur l'ensemble du fût après rupture (figure III-17). L'état de surface des éprouvettes ne permet pas de localiser avec certitude ces extrusions au niveau de la microstructure. Lors d'essais interrompus à différents niveaux de déformation réalisés par Vogt et al [3] sur le même acier, la formation dès les tous premiers cycles d'extrusions isolées est également observée à bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1.0\%$). Des intrusions sont observées. A mi-durée de vie, il y a coalescence des extrusions qui s'accompagne de la formation de microfissures. La croissance des microfissures se fait préférentiellement le long des extrusions les plus favorablement orientées et parfois le long des joints de grains. Aucun amorçage de fissures n'a été observé dans les joints de grains [3].

Dans l'acier N-Si, de petites extrusions, dont la longueur superficielle est inférieure à la taille de grain, sont observées en surface à bas niveau de déformation. Elles sont plus ou moins bien formées laissant penser qu'elles se forment tout au long du cyclage. Certaines sont isolées, d'autres sont parallèles entre elles et forment des paquets (figure III-18). La taille des paquets formés par les extrusions est du même ordre de grandeur que la taille des paquets de lattes (environ 4 à 5 μm). Il apparaît alors que seuls les paquets de lattes, et par conséquent les lattes les mieux orientées, localisent la déformation plastique. A la résolution du microscope électronique à balayage, aucune intrusion ou microfissure n'a pu être décelée. La coalescence d'extrusions n'est quasiment jamais observée. Seules quelques fissures

secondaires sont observées uniquement dans le voisinage immédiat de la surface de rupture.

L'acier N présente une topographie bien plus marquée que celle de l'acier N-Si pour la même variation de déformation totale imposée, mais pour une variation de déformation plastique plus élevée. La microstructure, joints de grains, joints de lattes, est assez facilement identifiable. De nombreuses extrusions bien développées sont observées à l'intérieur des grains. Elles sont assez rarement isolées, mais plutôt regroupées en paquets d'extrusions parallèles entre elles (figure III-19 a)). L'observation d'un état de surface plus déformé dans l'acier N à bas niveau de déformation est due en partie à une déformation plastique plus élevée. Des intrusions ou des microfissures sont observées au niveau des extrusions (figure III-19 b) et c)). L'amorçage apparaît être transgranulaire. Toutefois, il n'est pas prouvé que les joints de grains n'aient été des sites d'amorçage. Des essais interrompus permettraient de trancher. La coalescence d'extrusions s'accompagne de la formation de microfissures. Les joints de grains orientés à 90° sont des sites favorisés pour la croissance des fissures. De nombreuses fissures dont la taille est supérieure à dix tailles de grains sont facilement observées.



Figure III-17 : Endommagement en surface après rupture de l'acier C-Si à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: longues extrusions isolées - $T=300\text{ K}$
Surface damage after failure in the C-Si steel at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: Long isolated extrusions - $T=300\text{ K}$

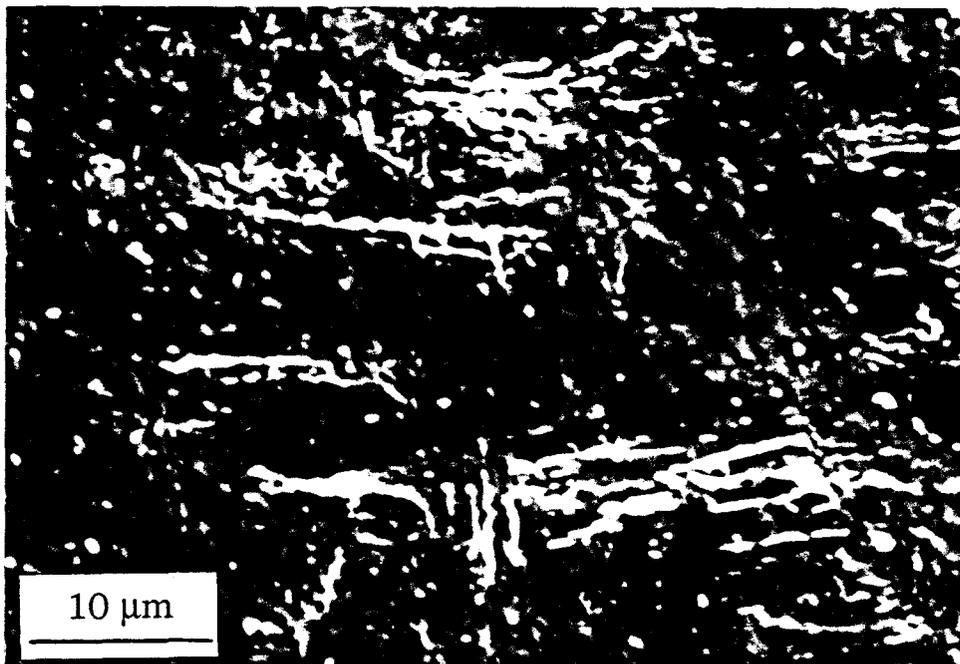


Figure III-18 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N-Si à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: Courtes extrusions plus ou moins bien formées, isolées ou regroupées en paquets - $T=300\text{ K}$
Surface damage after failure in the N-Si steel at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: Short more and less extrusions, isolated or regrouped in packets - $T=300\text{ K}$

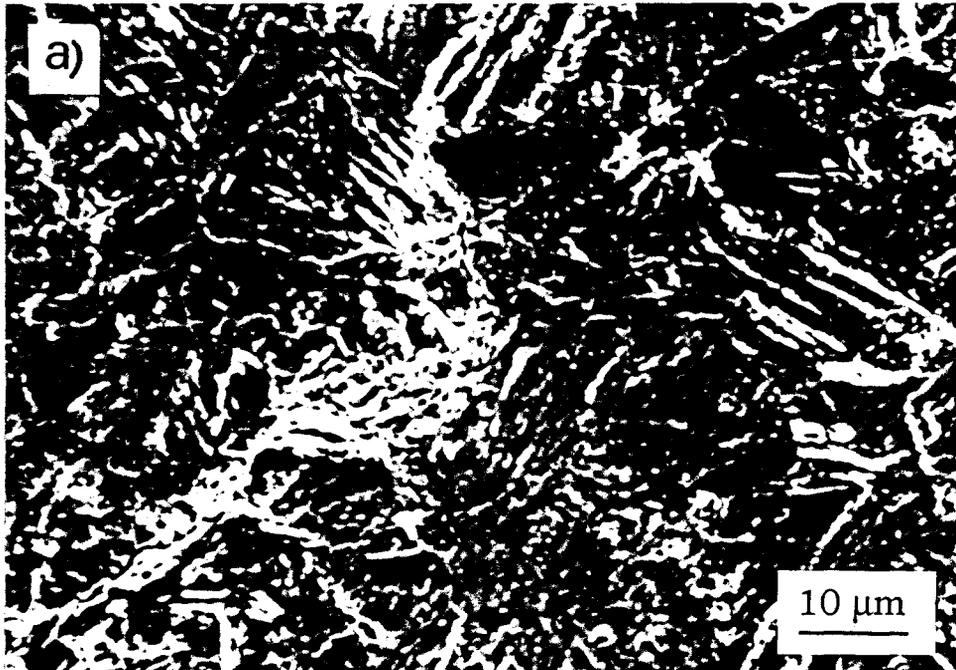


Figure III-19 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: a) Répartition assez homogène des extrusions regroupées en paquets - $T=300\text{ K}$

*Surface damage after failure in the N steel at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$:
a) Homogeneously reparted extrusions regrouped in packets - $T=300\text{ K}$*

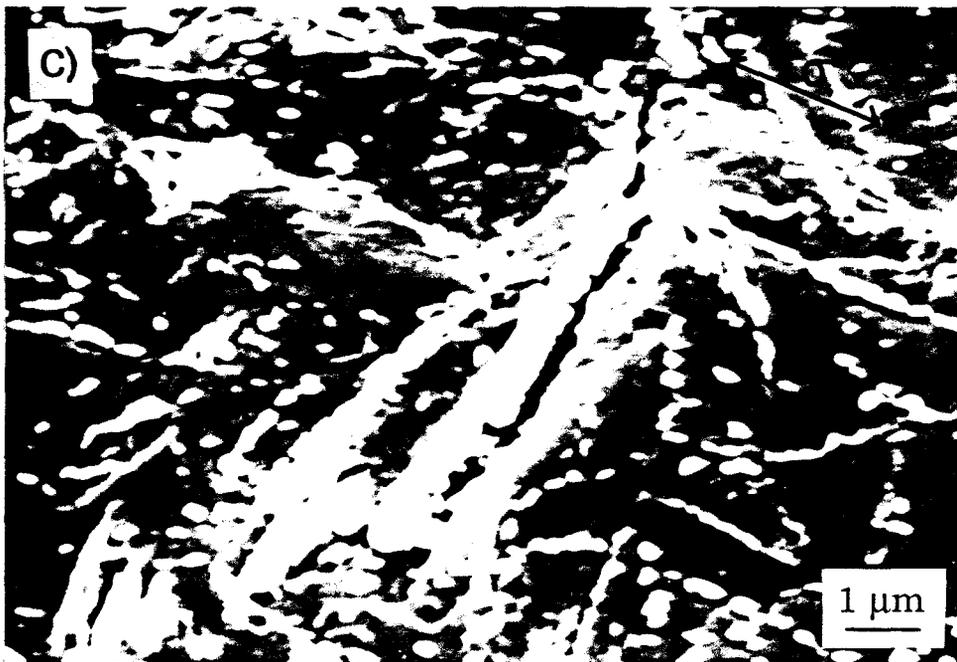


Figure III-19 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: b) Intrusion ou microfissure au niveau d'une extrusion transgranulaire; c) Intrusion ou microfissure - $T=300\text{ K}$
 Surface damage after failure in the N steel at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$:
 b) Intrusion or microcrack in a transgranular extrusion
 c) Intrusion or microcrack - $T=300\text{ K}$

III-4-2-2-b Endommagement en surface à haut niveau de déformation

Pour les trois matériaux, la plasticité de surface est beaucoup plus marquée à $\Delta\varepsilon_1=1.6\%$ qu'à $\Delta\varepsilon_1=0.6\%$.

Pour l'acier C-Si, en plus de longues extrusions localisées près des joints de grains, des extrusions à l'intérieur de quasiment tous les grains sont également observées. Les extrusions transgranulaires sont regroupées en paquets d'extrusions parallèles (figure III-20).

Comme pour le bas niveau de déformation, les microfissures amorcées au niveau des extrusions se propagent le long des extrusions les plus favorablement orientées et parfois le long des joints de grains [3].

Dans l'acier N-Si, chaque grain semble avoir adopté une orientation différente par rapport à l'axe de sollicitation pour accommoder le haut niveau de contrainte. Les joints de grains apparaissent bien marqués (figure III-21 a)). L'ensemble de l'intérieur des grains est maintenant plastifié. Les extrusions sont beaucoup mieux développées qu'à bas niveau de déformation. Elles ne sont plus isolées mais plutôt regroupées en paquets d'extrusions parallèles entre elles.

Des microfissures s'amorcent au niveau des extrusions. Leur propagation le long des joints de grains est très rapidement stoppée (inférieure à deux tailles de grain) (figure III-21 b)). Aucune coalescence de fissures, en dehors de la fissure macroscopique ayant provoquée la rupture, n'est observée.

Dans l'acier N, les extrusions couvrent la presque totalité de la surface. Comme à bas niveau de déformation, elles sont arrangées en paquets d'extrusions parallèles.

De nombreuses fissures, amorcées dans les extrusions, se propagent facilement le long des joints de grains ou même le long d'extrusions orientées perpendiculairement à l'axe de sollicitation (figure III-22).



Figure III-20 : Endommagement en surface après rupture de l'acier C-Si à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$: Longues extrusions et courtes extrusions regroupées en paquets - $T=300\text{ K}$

Surface damage after failure in the C-Si steel at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$: Long extrusions and short extrusions regrouped in packets - $T=300\text{ K}$

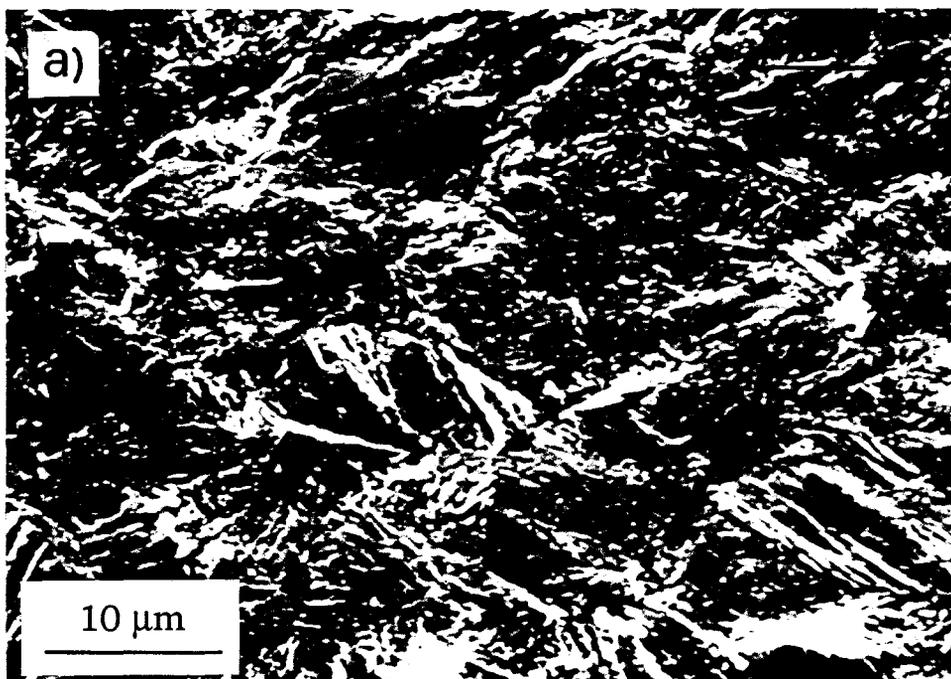


Figure III-21 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N-Si à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: a) Joints de grains bien marqués - $T=300\text{ K}$
Surface damage after failure in the N-Si steel at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: a) Well-marked grain boundaries - $T=300\text{ K}$

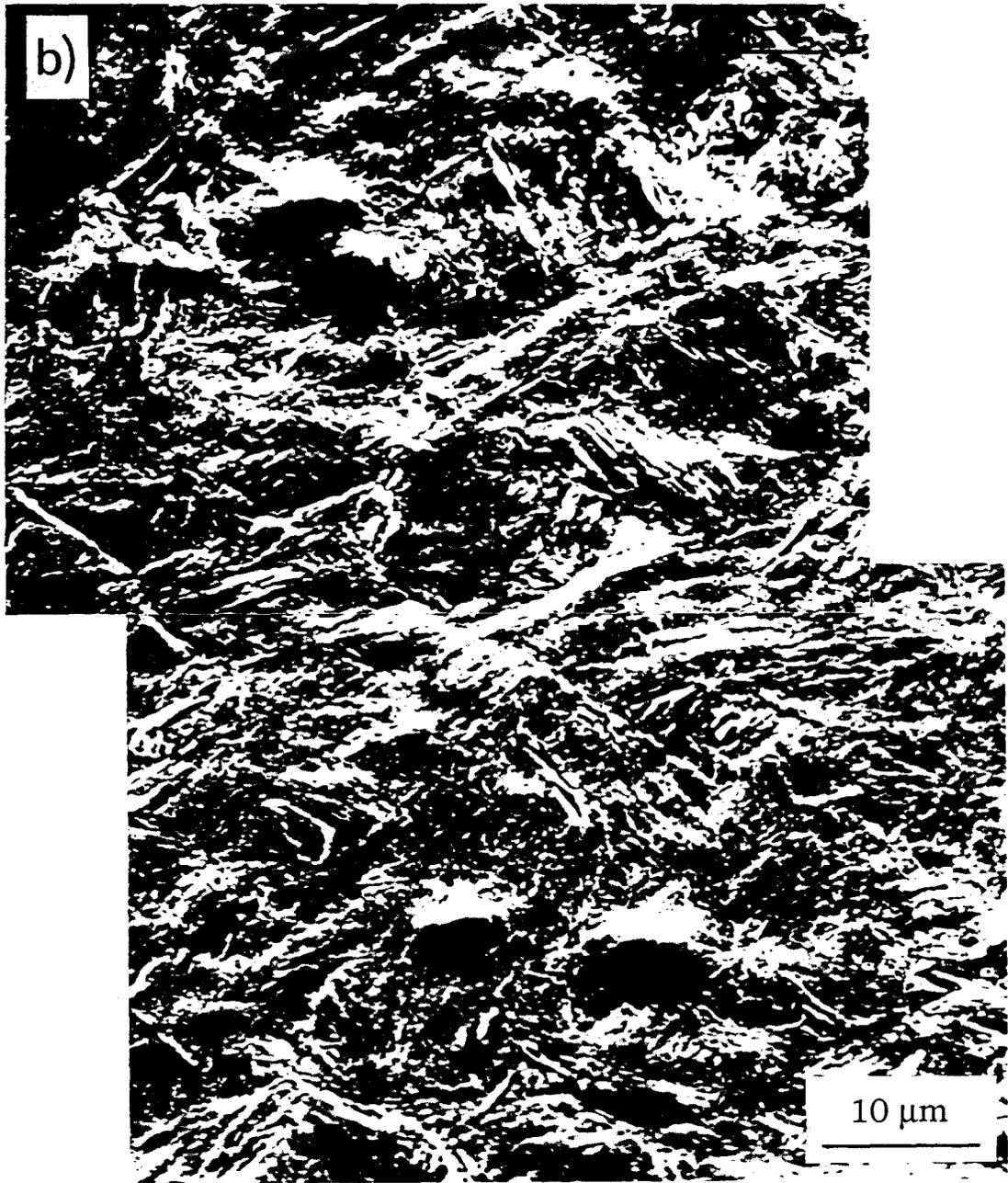


Figure III-21 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N-Si à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$: b) Extrusions regroupées en paquets et propagation de fissures limitée - $T=300\text{ K}$

*Surface damage after failure in the N-Si steel at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$:
b) Extrusions regrouped in packets and limited crack propagation - $T=300\text{ K}$*



Figure III-22 : Endommagement en surface après rupture de l'acier N à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: Extrusions bien développées sur toute la surface et fissures secondaires - $T=300\text{ K}$

Surface damage after failure in the N steel at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: Well-developed extrusions on the whole surface and secondary cracks - $T=300\text{ K}$

III-4-2-3 Faciès de rupture

Les examens des faciès de rupture ont été effectués sur les aciers 12% Cr à l'azote après cyclage à $\Delta\varepsilon_t=1.0\%, 1.2\%, 1.6\%$ et 2.0% pour l'acier N-Si-Nb-W et à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ pour l'acier N-Nb.

III-4-2-3-a Aspect macroscopique

L'examen visuel et en microscopie optique des faciès de rupture permet de délimiter les différentes régions qui composent les faciès.

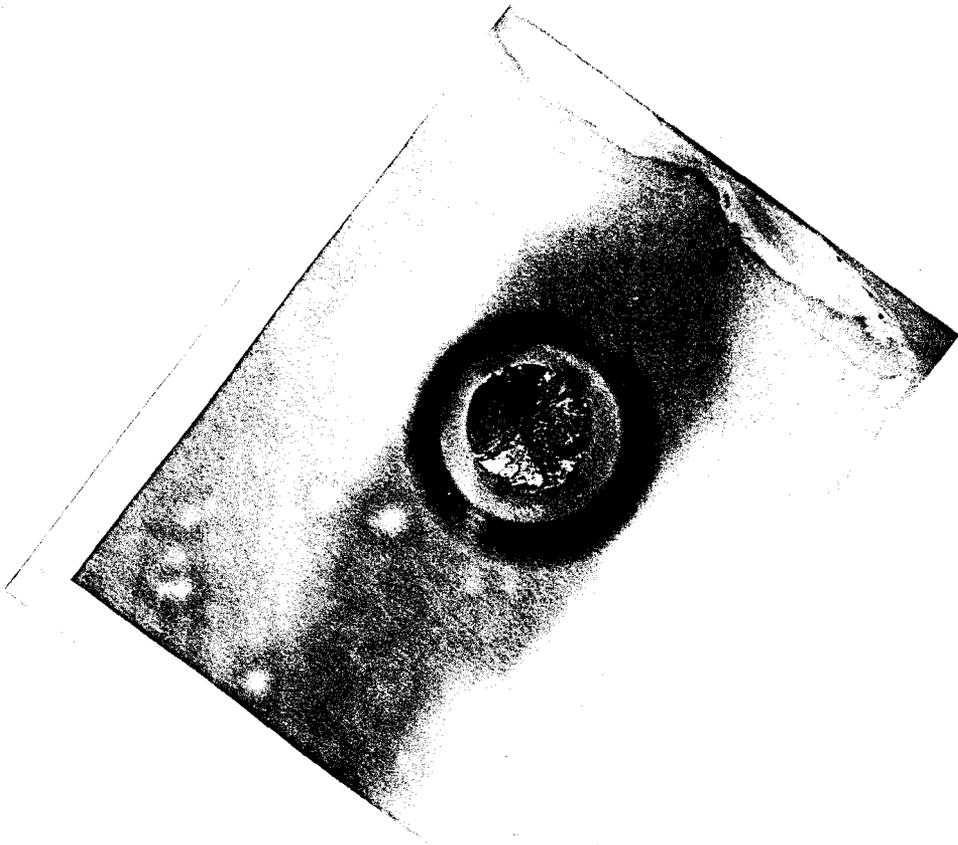
Les figures III-23 a), III-23 b), III-23 c) et III-23 d) présentent l'aspect macroscopique des faciès de l'acier N-Si à différents niveaux de déformation. Ces différents faciès de l'acier N-Si présentent une surface de rupture commune qui peut être divisée en trois zones comme Kanazawa et al [6] l'ont observé sur les faciès d'un acier 12% Cr au carbone à différents niveaux de déformation (figure III-24). La zone A du faciès est perpendiculaire à l'axe de propagation et correspond à la zone de propagation de la fissure principale. Elle apparaît plane, exceptée à $\Delta\varepsilon_t=1.0\%$. En effet, pour ce niveau de déformation, plusieurs sites se sont développés simultanément. Des lignes radiales sont observées, correspondant à des décrochements reliant les amorces multiples. Puis les différentes fissures se confondent en une seule jusqu'à la rupture finale. Plus le niveau de déformation est important, moins les amorces multiples sont fréquentes et plus la taille de la zone de propagation est réduite. Cette zone a un aspect brillant qui indique qu'il y a eu du matage.

La zone C est inclinée à 45° par rapport à l'axe de sollicitation et correspond à la zone de rupture brutale. Les zones B1 et B2 correspondent à des zones de transition entre les zones A et C.

L'aspect macroscopique des faciès de rupture d'aciers 12% Cr au carbone présenté sur la figure III-24 n'apparaît affecté ni par la température, ni par la vitesse de déformation [6].



$G = 2$



$G = 2$

Figure III-23 a) : Faciès de rupture de l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t = 1.0\%$ - $T=300\text{ K}$

Fracture surface of the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t = 1.0\%$ - $T=300\text{ K}$

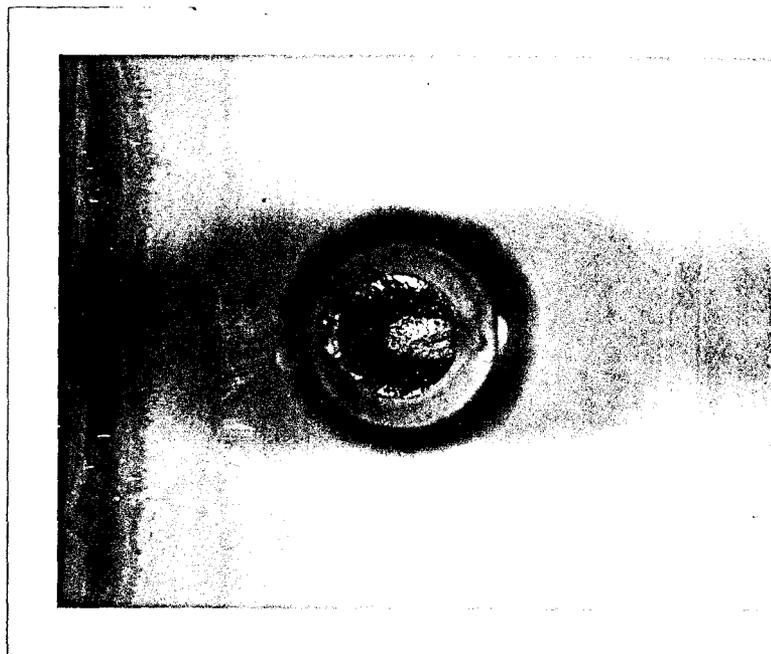


Figure III-23 b) : Faciès de rupture de l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t = 1.2\%$ - $T=300\text{ K}$

Fracture surface of the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t = 1.2\%$ - $T=300\text{ K}$



G=2

Figure III-23 c) : Faciès de rupture de l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ - $T=300\text{ K}$

Fracture surface of the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ - $T=300\text{ K}$



$G=2$



$G=2$

Figure III-23 d) : Faciès de rupture de l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t=2.0\%$ - $T=300\text{ K}$

Fracture surface of the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t=2.0\%$ - $T=300\text{ K}$

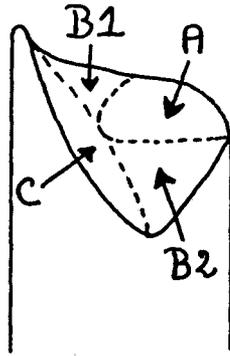
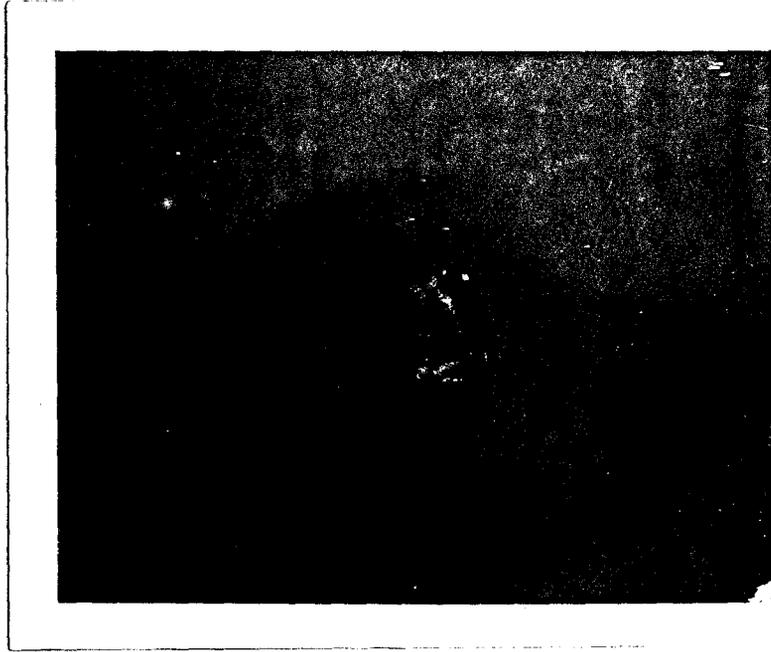


Figure 24 : Aspect macroscopique général de la surface de rupture d'un acier 12% Cr au carbone à 300 K [6]

Macroscopic illustration of a fracture surface of a 12% Cr carbon steel at 300 K [6]

Le faciès de rupture de l'acier N, présenté sur la figure III-25, correspondant à un niveau de déformation de 1.6%, est très différent de celui observé pour l'acier N-Si pour le même niveau de déformation. Les zones d'amorçage et de propagation sont multiples et réparties sur toute la périphérie du faciès. Plusieurs fissures de type IV sont à l'origine de la rupture finale, alors qu'une seule fissure est responsable de la rupture dans l'acier N-Si pour le même niveau de déformation. La division en trois zones trouvée pour l'acier N-Si ne peut être appliquée à l'acier N.



G=2

*Figure III-25 : Faciès de rupture de l'acier N testé à $\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$ -
T=300 K*

*Fracture surface of the N steel tested at $\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$ -
T=300 K*

III-4-2-3-b Aspect microscopique

L'examen en MEB des zones de propagation de fissures a été réalisé.

Dans le cas de l'acier N-Si, un important réseau de fissures secondaires, perpendiculaires à la direction de propagation, est observé pour tous les niveaux de déformation (figure III-26). L'observation de stries de fatigue bien nettes est rare (figure III-27), observation rendue difficile en raison d'un matage très prononcé.

De même, aucune striation bien nette n'a été observée sur les faciès de rupture d'un acier 12% Cr au carbone testé à la température ambiante sous différents niveaux de déformation [6].

Pour l'acier N, de très nombreuses fissures secondaires sont également observées ainsi que des stries de fatigue très bien résolues dont l'orientation ne change pas au passage des joints de grains (figure III-28).

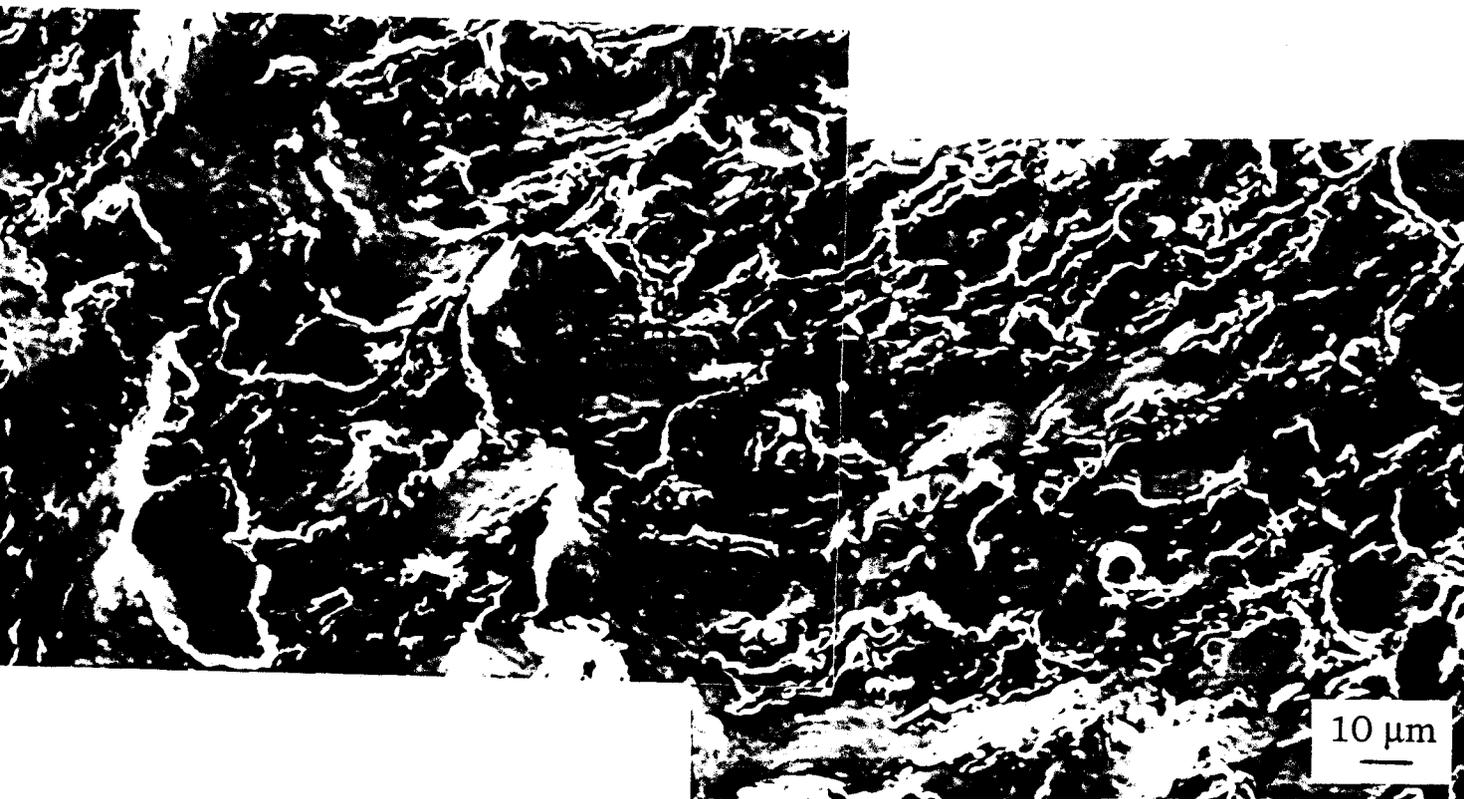


Figure III-26 : Important réseau de fissures secondaires dans l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t=1.2\%$ - $T=300\text{ K}$

Numerous secondary cracks in the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t=1.2\%$ - $T=300\text{ K}$

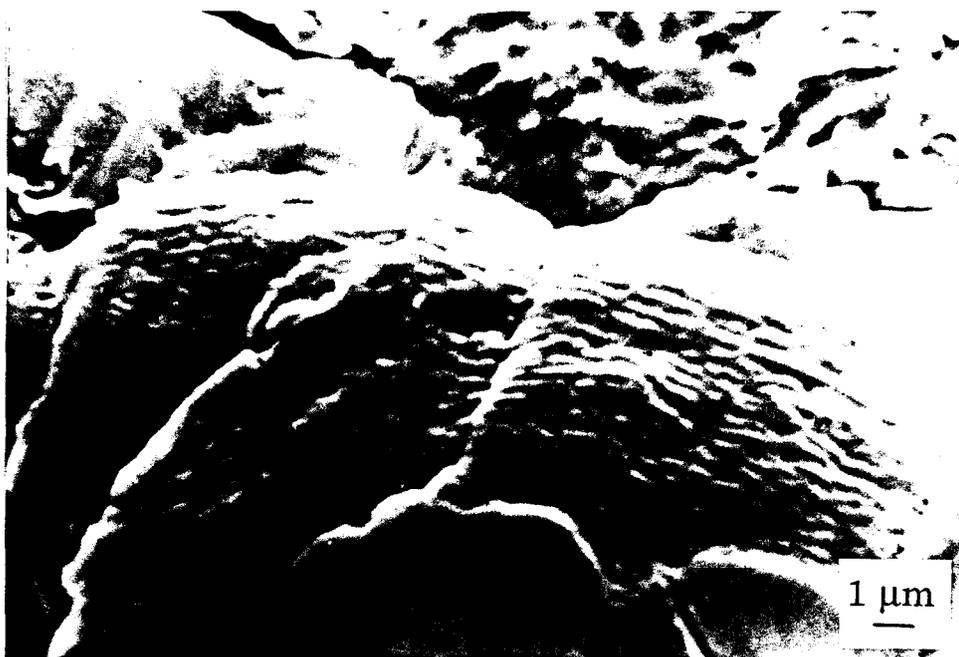


Figure III-27 : Observation rare et difficile de stries de fatigue dans l'acier N-Si testé à $\Delta\varepsilon_t=1.2\%$ - $T=300\text{ K}$

Fatigue striation rarely observed with difficulty in the N-Si steel tested at $\Delta\varepsilon_t=1.2\%$ - $T=300\text{ K}$

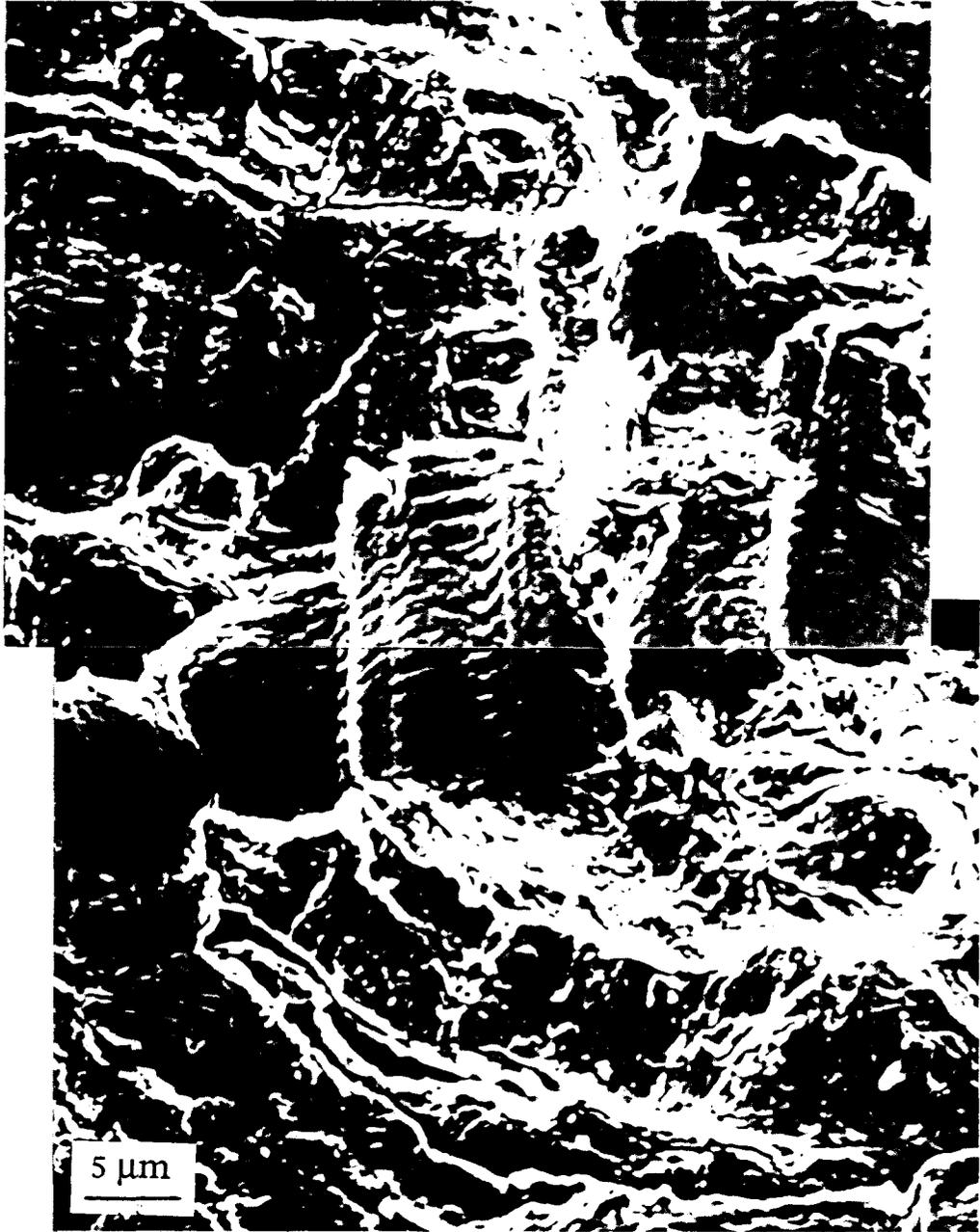


Figure III-28 : Réseau de fissures secondaires et stries de fatigue bien résolues sur le faciès de rupture de l'acier N testé à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$ - $T=300\text{ K}$

Secondary cracks and well-defined fatigue striation on the fracture surface of the N steel tested at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$ - $T=300\text{ K}$

L'échange partiel du carbone par de l'azote dans un acier martensitique X20 CrMoV 12.1 conjugué à la présence de silicium produit une augmentation importante des niveaux de contrainte, une réduction marquée à haut niveau de déformation des durées de vie et une rupture de pente vers $\Delta \varepsilon_p/2=0.2\%$ sur les courbes d'écrouissage monotone et cyclique.

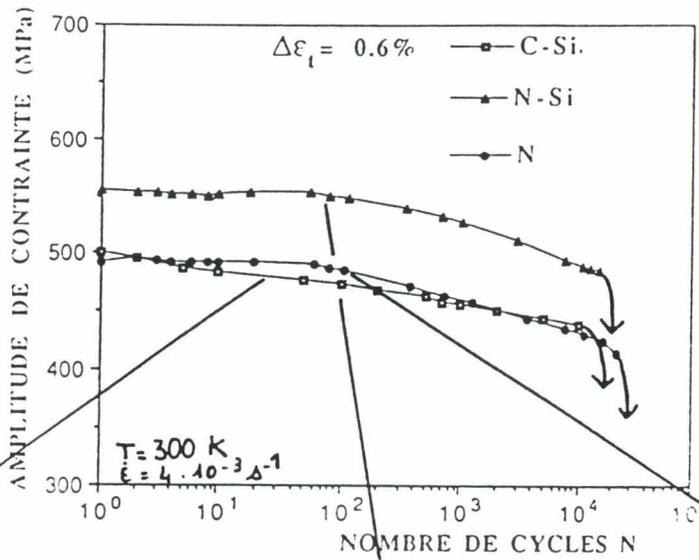
La modification du comportement mécanique s'accompagne d'une plasticité de surface réduite dans l'acier N-Si (extrusions moins nombreuses et moins bien développées, propagation réduite des microfissures).

Les deux figures suivantes résument de façon schématique l'influence de la composition chimique et du niveau de déformation sur l'amorçage et la propagation des fissures observées dans les différents matériaux.

L'observation et l'analyse des structures de dislocations est maintenant indispensable pour relier la microstructure à l'endommagement en surface.

INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DU NIVEAU DE DEFORMATION SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS RENCONTRES DANS DES ACIERS 12% Cr EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A TEMPERATURE AMBIANTE

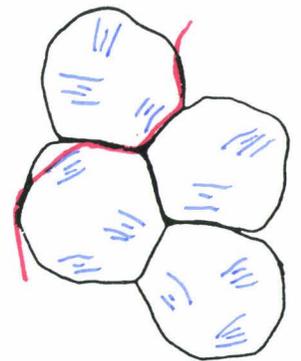
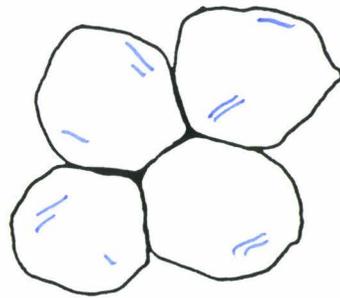
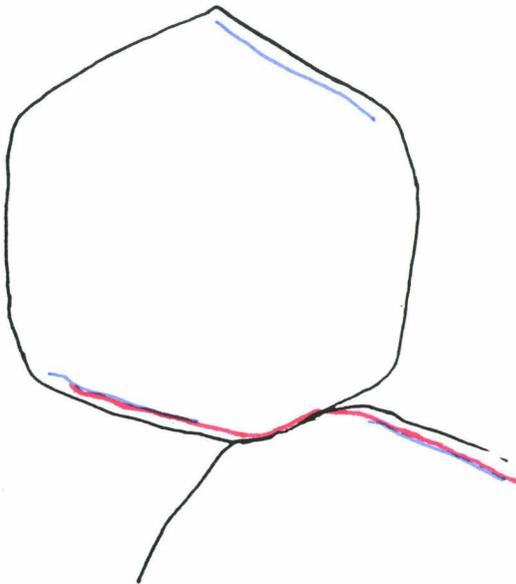
• Bas niveau de déformation :



C-Si

N-Si

N



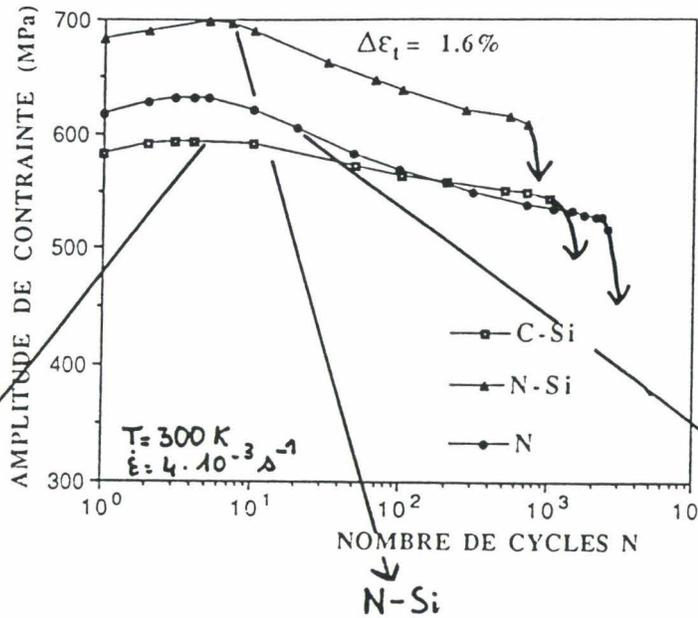
- longues extrusions isolées
- croissance de microfissures le long des extrusions les plus favorablement orientées et parfois le long des joints de grains

- petites extrusions isolées
- pas de microfissure

- nombreuses extrusions regroupées en paquets
- nombreuses microfissures

INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DU NIVEAU DE DEFORMATION SUR LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS RENCONTRES DANS DES ACIERS 12% Cr EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A TEMPERATURE AMBIANTE

• Haut niveau de déformation :

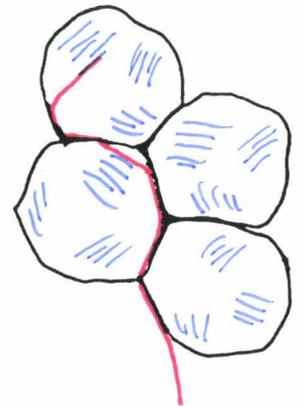
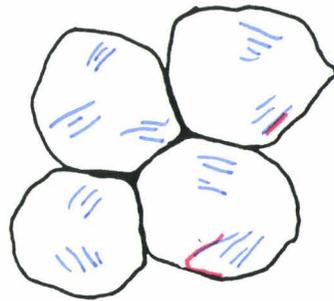
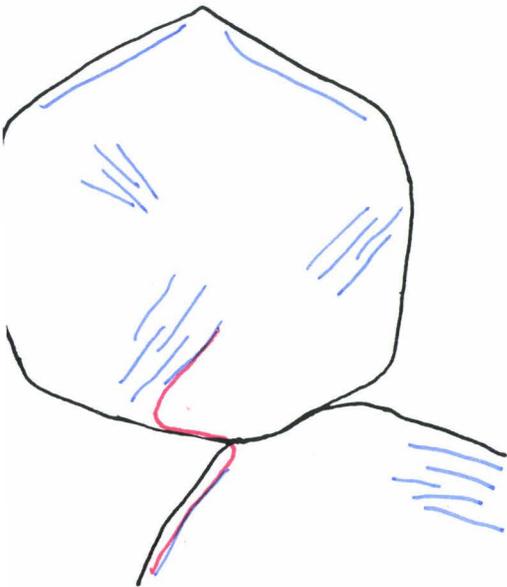


— : extrusions
— : microfissures

C-Si

N-Si

N



• longues extrusions localisées près des joints de grains et petites extrusions transgranulaires groupées en paquets
• microfissures dépassant la taille d'un grain

• désorientation des grains les uns par rapport aux autres
• extrusions regroupées en paquets
• microfissures ne dépassant pas la taille d'un grain

• extrusions regroupées en paquets sur toute la surface
• nombreuses microfissures

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III

- 1- T. MAGNIN, J.H. DRIVER, J. LEPINOUX et L.P. KUBIN
Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages C.C. et C.F.C. II- Saturation cyclique et localisation de la déformation
Revue de Physique Appliquée, Vol. 19, 1984, p. 483-502
- 2- M. BRUN
Fatigue oligocyclique dans les turbomachines
Mécanique-Matériaux-Electricité, n° 323-324, Novembre-Décembre 1976, p. 42-49
- 3- J.-B. VOGT, G. DEGALLAIX and J. FOCT
Cyclic mechanical behavior and microstructure of a 12Cr-Mo-V martensitic stainless steel
Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol. 11, n°6, 1988, p. 435-446
- 4- G. DEGALLAIX, J.-B. VOGT, J. FOCT
Fatigue oligocyclique et comportement structural de l'acier inoxydable martensitique 12 Cr-Mo-V
Mémoires et Etudes Scientifiques de la Revue de Métallurgie, Janvier 1990, p. 47-57
- 5- J.C. EARTHMAN, G. EGGELER and B. ILSCHNER
Deformation and Damage Processes in a 12%Cr-Mo-V Steel under High Temperature Low Cycle Fatigue Conditions in Air and Vacuum
Materials Science and Engineering, Vol. A 110, 1989, p. 103-114
- 6- K. KANAZAWA, K. YAMAGUCHI and K. KOBAYASHI
Effects of Temperature and Strain Rate on Low-Cycle Fatigue Properties of 12 Cr Martensitic Stainless Steel, SUS 403-B*
Transactions of national research institute for metals, Vol. 22, n° 1, 1980, p. 11-18
- 7- J.-B. VOGT
Influence de l'azote interstitiel et de la température sur les structures de dislocations obtenues par fatigue d'aciers inoxydables austénitiques
Thèse de doctorat ès Sciences Physiques, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, Laboratoire de Métallurgie Physique, 1991
- 8- J.-O. NILSSON
The influence of nitrogen on high temperature low cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steels
Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol. 7, n°1, 1984, p. 55-64
- 9- T. TAKEMOTO, K. MUKAI and HOSHINO
Effect of Nitrogen on Low Cycle Fatigue Behavior of Austenitic Stainless Steel
Transactions ISIJ, Vol. 26, 1986, p. 337-344

- 10- H. SUN, P. J. UGGOWITZER, M. DIENER and M. O. SPEIDEL
Low cycle fatigue behavior and life prediction of high nitrogen austenitic stainless steels
Compte rendu de la conférence "Applications of stainless steel '92",
édité par H. NORDBERG et J. BJÖRKLUND, ASM International, 1992,
p. 953-960
- 11- H. MUGHRABI, K. HERZ and X. STARK
Cyclic deformation and fatigue behaviour of α -iron mono- and polycrystals
International Journal of Fracture, Vol. 17, n°2, Avril 1981, p. 193-220
- 12- T. MAGNIN
Développements récents en fatigue oligocyclique sous l'angle de la métallurgie physique
Mémoires et Etudes Scientifiques de la Revue de Métallurgie, Janvier
1991, p. 33-48
- 13- L. COUDREUSE
Thèse de Docteur-Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1985
- 14- T. MAGNIN and J.H. DRIVER
The Influence of Strain Rate on the Low Cycle Fatigue Properties of Single Crystals and Polycrystals of Two Ferritic Alloys
Materials Science and Engineering, Vol. 39, 1979, p. 175-185
- 15- T. MAGNIN, A. FOURDEUX and J.H. DRIVER
Cyclic Plastic Deformation of B.C.C. Fe-26Cr Single Crystals at Room Temperature
Physica Status Solidi (a), Vol. 65, 1981, p. 301-314
- 16- H. MUGHRABI and C. WÜTHRICH
Asymmetry of slip and shape changes during cyclic deformation of α -iron single crystals
Philosophical Magazine, Vol. 33, N° 6, 1976, p.963-984
- 17- J.-B. VOGT
Influence de la teneur en azote sur le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques type 18-12 hypereutectés
Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Lille, 1983
- 18- A. DUPONT
Résistance à la fatigue oligocyclique à température ambiante d'un acier martensitique à 12% Cr
Projet de fin d'étude, Université des Sciences et Techniques de Lille,
Juin 1986
- 19- C. BATHIAS et J.-P. BAILON
La fatigue des matériaux et des structures
Maloine SA éditeur, les presses de l'université de Montréal, 1980,
p. 119

- 20- K. KANAZAWA, K. YAMAGUCHI and K. KOBAYASHI
The Temperature Dependence of Low Cycle Fatigue Behaviour of Martensitic Stainless Steels
Materials Science and Engineering, Vol. 40, 1979, p. 89-96
- 21- U. ESSMANN, U. GÖSELE and H. MUGHRABI
A model of extrusions and intrusions in fatigued metals; I. Point-defect production and the growth of extrusions
Philosophical Magazine A, Vol. 44, n°2, 1981, p. 405-426
- 22- H. MUGHRABI, R. WANG, K. DIFFERT and U. ESSMANN
Fatigue Crack Initiation by Cyclic Slip Irreversibilities in High-Cycle Fatigue
Fatigue Mechanisms : Advances in Quantitative Measurement of Physical Damage, ASTM STP 811, édité par J. LANKFORD, D.L.DAVIDSON, W.L. MORRIS et R.P. WEI, American Society for Testing and Materials, 1983, p. 5-45
- 23- H. MUGHRABI
A model of high-cycle fatigue-crack initiation at grain boundaries by persistent slip bands
Compte rendu de la 2^{ème} conférence "Defects, fracture and fatigue" édité par G.C. SIH and J.W. PROVAN, Martinus Nijhoff Publishers, 1983, p. 139-146
- 24- J.I. DICKSON, S. TURENNE, J.-B. VOGT and J.-P. BAILON
The formation of extrusions and intrusions in copper and in a mild steel
Compte rendu de la conférence "ICSMA7" édité par H.J. Mac QUEEN, J.P. BAILON, J.I. DICKSON, J.J. JONAS and M.G. AKBEN, Pergamon Press, Vol. 2, 1985, p. 1237-1242
- 25- J.I. DICKSON, S. TURENNE, J.P. BAILON and J.B. VOGT
The formation of ribbon-like extrusions and intrusions during the cyclic deformation of copper
Compte rendu de la "2nd Conference on Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials" édité par K.-T. RIE, Elsevier Applied Science, Munich, 1987, p. 43-48
- 26- J.I. DICKSON, J.-P. BAILON, J. XIA and M. BUREAU
Extrusion-intrusion formation in Cu and 70Cu-30Zn
Compte rendu de la conférence "Fatigue 93" édité par J.-P. BAILON et J.I. DICKSON, EMAS, 1993, Vol.III, p. 1883-1892
- 27- X. JIN, J.I. DICKSON and J.-P. BAILON
A comparaison of the surface topography produced by the cyclic deformation of copper and 70Cu-30Zn α -brass
Compte rendu de la conférence "Fatigue 90" édité par H. KITAGAWA et T. TANAKA, Materials and Component Engineering Publications Ltd, 1990, Vol. I, p. 105-110
- 28- J. POLAK, T. LEPISTÖ and P. KETTUNEN
Surface Topography and Crack Initiation in Emerging Persistent Slip Bands in Copper Single Crystals
Materials Science and Engineering, Vol. 74, 1985, p. 85-91

- 29- J. POLAK and M. KLESNIL
Fatigue crack initiation and growth in alpha-iron polycrystals
Compte rendu de la 6^{ème} conférence européenne de la rupture édité
par H.C. VAN LEST, EMAS, 1986, p. 1559-1569
- 30- J. POLAK, M. KLESNIL and P. LISKUTIN
Initiation and growth of short fatigue cracks in α -iron
Acta Technica CSAV, n°6, 1985, p. 650-662
- 31- M. BAYERLEIN and H. MUGHRABI
The formation of either tongue- or ribbon-like extrusions in fatigued copper
polycrystals
Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 39, n°7, 1991, p. 1645-1650
- 32- Z.S. BASINSKI and S.J. BASINSKI
Formation and growth of subcritical fatigue cracks
Scripta Metallurgica, Vol. 18, 1984, p. 851-856
- 33- Z.S. BASINSKI and S.J. BASINSKI
Low amplitude fatigue of copper single crystals; III PSB sections
Acta Metallurgica, Vol. 33, n°7, 1985, p. 1319-1327
- 34- A. HUNSCHE and P. NEUMANN
Quantitative measurement of persistent slip band profiles and crack initiation
Acta Metallurgical, n°34, 1986, p. 207-217
- 35- T. MAGNIN and J.H. DRIVER
Crack initiation mechanisms during low cycle fatigue of pure ferritic alloys
"Advances in fracture research" édité par D. FRANCOIS et al,
Pergamon Press Oxford and New York, 1980, p. 307-313
- 36- J. POLAK and P. LISKUTIN
Nucleation and short crack growth in fatigued polycrystalline copper
Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol.
13, n°2, 1980, p.119-133
- 37- T. MAGNIN
Consequences of surface effects on the microcracking processes and the fatigue
damage in FCC and BCC polycrystals
Scripta Metallurgica et Materialia, Vol.26, 1992, p. 1541-1546

CHAPITRE IV

MECANISMES DE PLASTICITE CYCLIQUE

CHAPITRE IV

MECANISMES DE PLASTICITE CYCLIQUE

L'objectif principal de ce dernier chapitre est d'établir un lien entre l'endommagement en surface et la localisation de la déformation et de comprendre le comportement mécanique de chacun des matériaux étudiés. Deux optiques différentes seront suivies : une optique d'ordre microscopique qui aura pour but d'analyser les structures de dislocations et une optique d'ordre mécanistique qui sera caractérisée par l'analyse des boucles d'hystérésis. A partir des différentes boucles enregistrées au cours du cyclage, des mesures de contraintes internes et effectives, effectuées par deux méthodes différentes, permettront la caractérisation des obstacles rencontrés par les dislocations suivant la composition chimique des matériaux. L'étude au cours du cyclage de l'évolution de l'énergie de déformation plastique cyclique, correspondant à l'aire d'une boucle d'hystérésis, permettra d'envisager l'arrangement progressif des dislocations dans les lattes de martensite. De plus, énergie de déformation plastique et énergie de déformation plastique cyclique cumulée seront utilisées comme critère de dommage.

Enfin, ce quatrième chapitre s'achèvera sur l'effet de paramètres autres que la composition chimique sur le comportement mécanique en fatigue oligocyclique d'aciers 12% Cr à l'azote : soit l'effet des températures d'austénitisation et de revenu.

IV-1 ARRANGEMENTS DE DISLOCATIONS A RUPTURE

IV-1-1 Technique expérimentale

Des lames minces prélevées perpendiculairement à l'axe de sollicitation (soit à 3 mm environ derrière la surface de rupture, soit au milieu de la longueur utile) ont été observées sur un microscope

électronique en transmission Jeol 200 CX. La technique d'amincissement a déjà été décrite au deuxième chapitre.

Pour chacun des matériaux étudiés, l'observation des structures de dislocations développées à rupture a été faite pour les deux niveaux de déformation : $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$ (bas niveau de déformation) et $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ (haut niveau de déformation).

IV-1-2 Arrangement de dislocations à bas niveau de déformation

L'acier C-Si présente une microstructure "biphasee". De longs îlots de ferrite sont noyés dans la martensite revenue. La ferrite est une phase plus "molle" que la martensite revenue [1]. De plus, les îlots de ferrite présentent une largeur moyenne de $2.5 \mu\text{m}$ alors que celle des lattes de martensite vaut $0.6 \mu\text{m}$. L'arrangement des dislocations diffère suivant la nature de la phase. A bas niveau de déformation, la déformation plastique se localise essentiellement dans les îlots de ferrite où il se forme des murs dipolaires (figure IV-1 a)) et des cellules allongées aux parois bien définies et présentant un contraste (figure IV-1 b)). On n'observe pas d'arrangement particulier dans les lattes de martensite. Les longues extrusions isolées observées en surface se sont donc formées dans les îlots de ferrite où la déformation se localise.

Dans l'acier N-Si, deux types de configuration de dislocations correspondant à différents avancements de l'arrangement des dislocations sont observés. Dans certaines lattes, les dislocations n'ont subi aucun arrangement et présentent des enchevêtrements semblables à ceux rencontrés dans le matériau avant cyclage (figure IV-2). Dans d'autres lattes, un début d'arrangement en cellules aux parois diffuses (figure IV-2) est observé. Un léger contraste entre les différentes cellules témoigne de légères désorientations. C'est au niveau des lattes présentant l'arrangement de dislocations le plus avancé que se sont formées en surface les extrusions.

Pour l'acier N, la répartition de la déformation plastique est bien homogène pour un faible niveau de déformation. Des cellules aux parois assez fines et assez fortement désorientées les unes par rapport aux autres se développent dans de nombreux paquets de lattes (figure IV-3 a)). Une mesure de désorientation cellulaire a été faite dans cet acier à bas niveau de déformation par diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle. Les résultats obtenus sont reportés en annexe 1. Certaines lattes contiennent des cellules à l'état naissant (figure IV-3 b)). La localisation de la déformation plastique dans un grand nombre de lattes se traduit en surface par de nombreuses extrusions arrangées en paquets.



Figure IV-1 : Structure de dislocations dans l'acier C-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: a) Murs dipolaires dans les îlots de ferrite - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the C-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: a) Dipolar walls in the ferrite islands - $T=300\text{ K}$



Figure IV-1 : Structure de dislocations dans l'acier C-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_t=1.0\%$: b) Arrangement cellulaire uniquement dans la ferrite - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the C-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_t=1.0\%$: b) Cells only in the ferrite - $T=300\text{ K}$



Figure IV-2 : Structure de dislocations dans l'acier N-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: Arrangement des dislocations en cellules aux parois diffuses et enchevêtrements de dislocations - $T=300\text{ K}$
Dislocation structure in the N-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: Arrangement of the dislocations in cells with diffuse walls and dislocation tangles - $T=300\text{ K}$

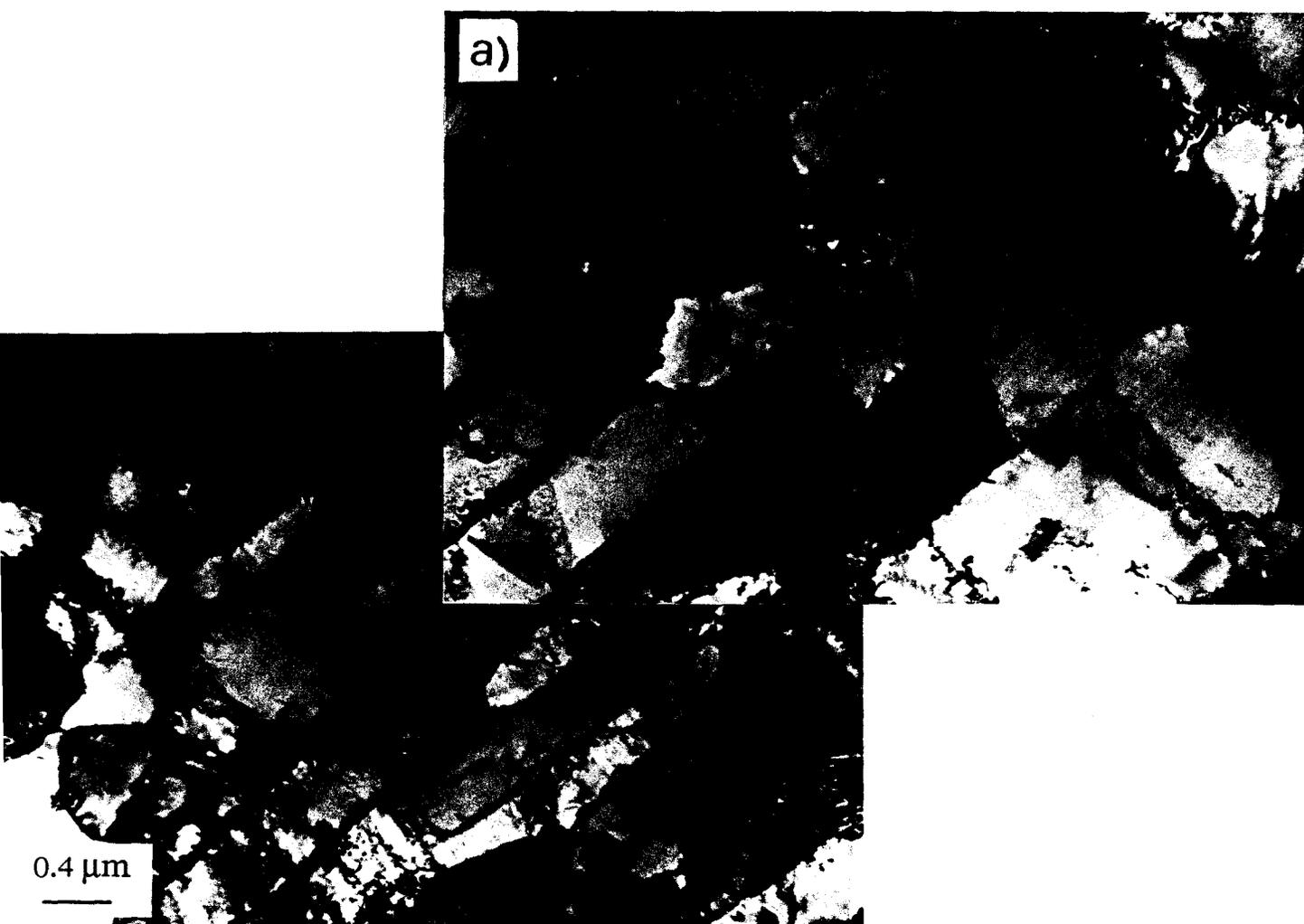


Figure IV-3 : Structure de dislocations dans l'acier N cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: a) Paquets de lattes dans lesquelles se forment des cellules équiaxes et désorientées - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the N material cycled at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$: a) Some lath blocks in which equiaxial and misoriented cells form - $T=300\text{ K}$

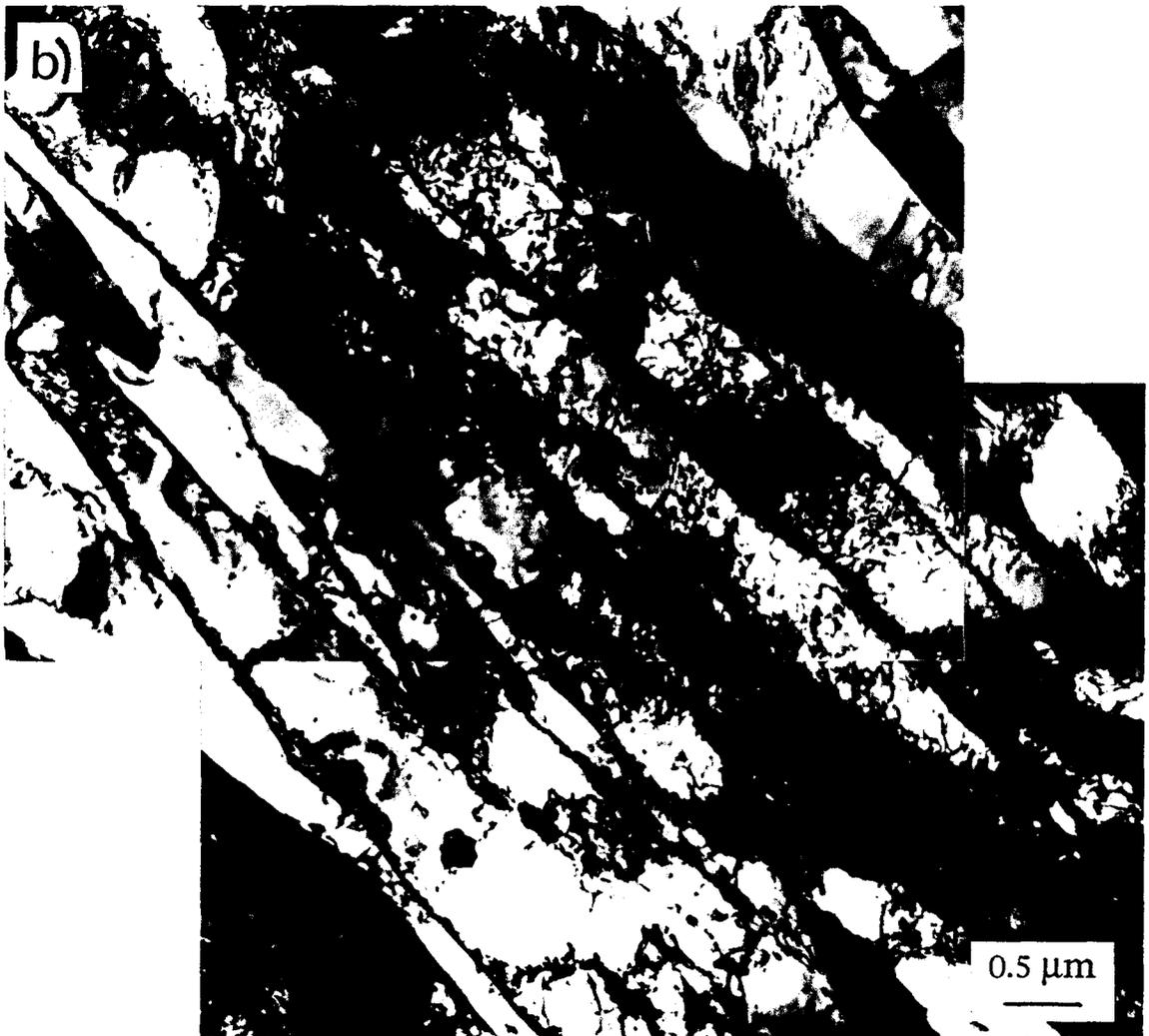


Figure IV-3 : Structure de dislocations dans l'acier N cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: b) Paquets de lattes contenant des cellules à l'état naissant - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the N material cycled at $\Delta\varepsilon_f=0.6\%$: b) Some lath blocks in which cells are in the process of forming - $T=300\text{ K}$

IV-1-3 Arrangement de dislocations à haut niveau de déformation

Dans l'acier C-Si et pour ce haut niveau de déformation, la phase ferritique ne peut accommoder à elle seule toute la déformation. Un grand nombre de lattes est sollicité. Les cellules, formées dans les îlots ferritiques, présentent des parois plus diffuses qu'à faible niveau de déformation et une grande densité de dislocations est observée à l'intérieur des cellules (figure IV-4 a)) ce qui atteste de la forte déformation de la ferrite. Un arrangement également cellulaire est observé dans les lattes sollicitées (figure IV-4 b)). Ces arrangements de dislocations traduisent en surface la présence des longues extrusions au niveau des îlots ferritiques et de courtes extrusions arrangées en paquets formées dans les lattes de martensite.

Dans les deux aciers 12% Cr à l'azote, où les dislocations ne peuvent s'arranger que dans les lattes étroites de la martensite, l'augmentation du niveau de déformation a pour effet d'achever l'arrangement de dislocations.

Ainsi, dans l'acier N-Si, un grand nombre de lattes présente un arrangement en cellules plutôt bien formées dans lesquelles subsistent cependant une forte densité de dislocations (figure IV-5 a)). Pour ce niveau de déformation, une forte condensation de dislocations est observée sur les joints des lattes les plus étroites (figure IV-5 b)). En surface, des extrusions se sont formées dans un grand nombre de lattes.

L'augmentation du niveau de déformation dans l'acier N provoque un glissement multiple très prononcé dans l'ensemble des lattes. Un arrangement tridimensionnel des dislocations en cellules équiaxes parfaitement formées, présentant de fortes désorientations, est observé (figure IV-6). Cela se traduit en surface par une très forte plasticité dans l'ensemble des lattes.

La formation d'une structure stable en cellules de dislocations correspond pour les trois matériaux à l'adoucissement moins prononcé et constant observé sur la courbe d'évolution de contrainte en fonction du cyclage (figure III-9 b)) après les phases de durcissement et d'adoucissement marqués.

Aucune diminution sensible de la taille de cellule avec l'augmentation de la contrainte n'est observée dans chacun des matériaux. Pour l'acier 12% Cr au carbone, la taille moyenne de cellule est d'environ 0.6 μm dans les îlots de ferrite de largeur moyenne 2.5 μm et de 0.5 μm dans les lattes de martensite de largeur moyenne 0.6 μm pour les deux niveaux de déformation étudiées.

Pour les deux aciers 12% Cr à l'azote, la taille moyenne de cellule équivaut, quel que soit le niveau de déformation, à la largeur moyenne des lattes, soit 0.4 μm .

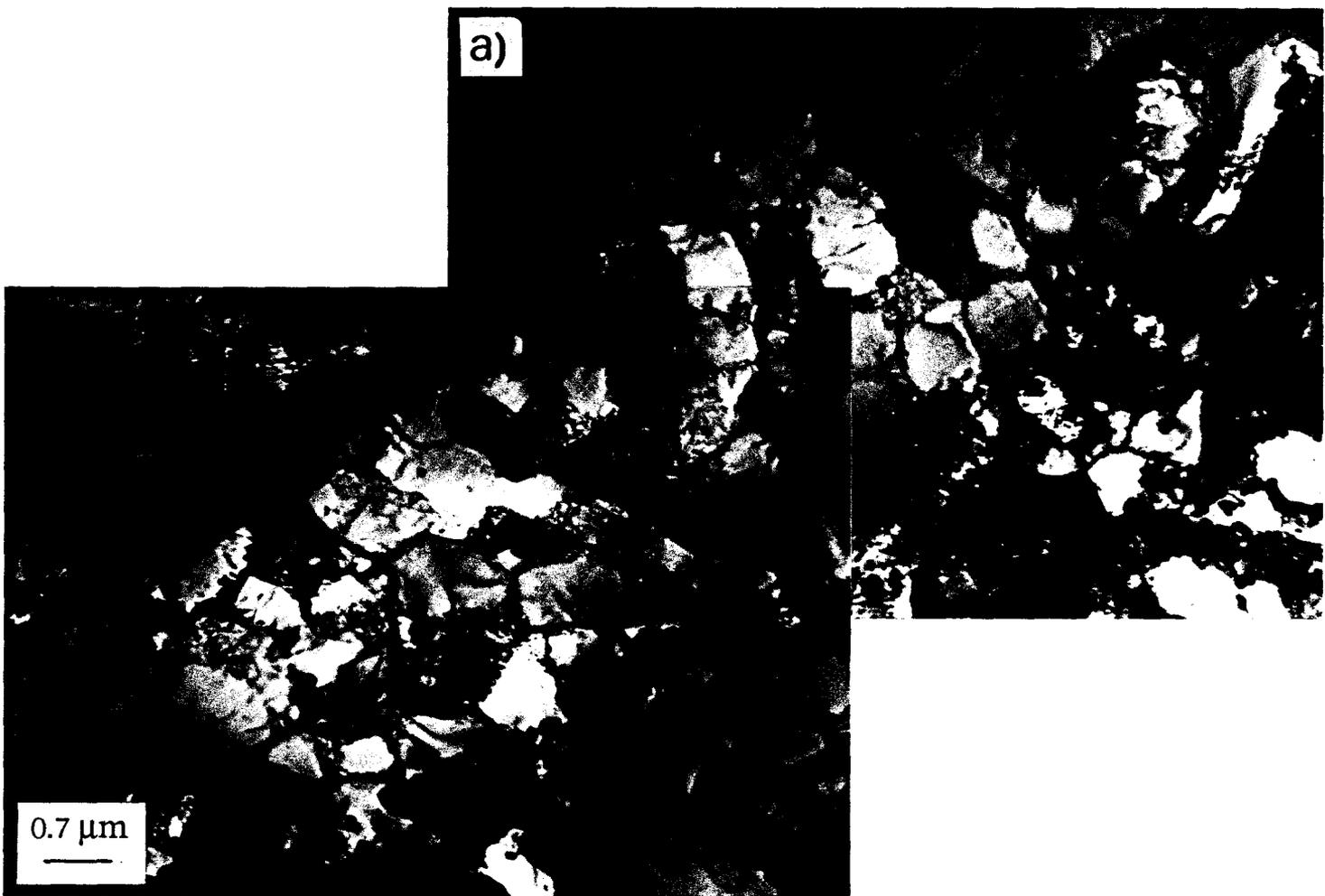


Figure IV-4 : Structure de dislocations dans l'acier C-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$:a) Cellules diffuses dans les domaines ferritiques -T=300 K
Dislocation structure in the C-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$: a) Diffuse cells in the ferrite domains - T= 300 K

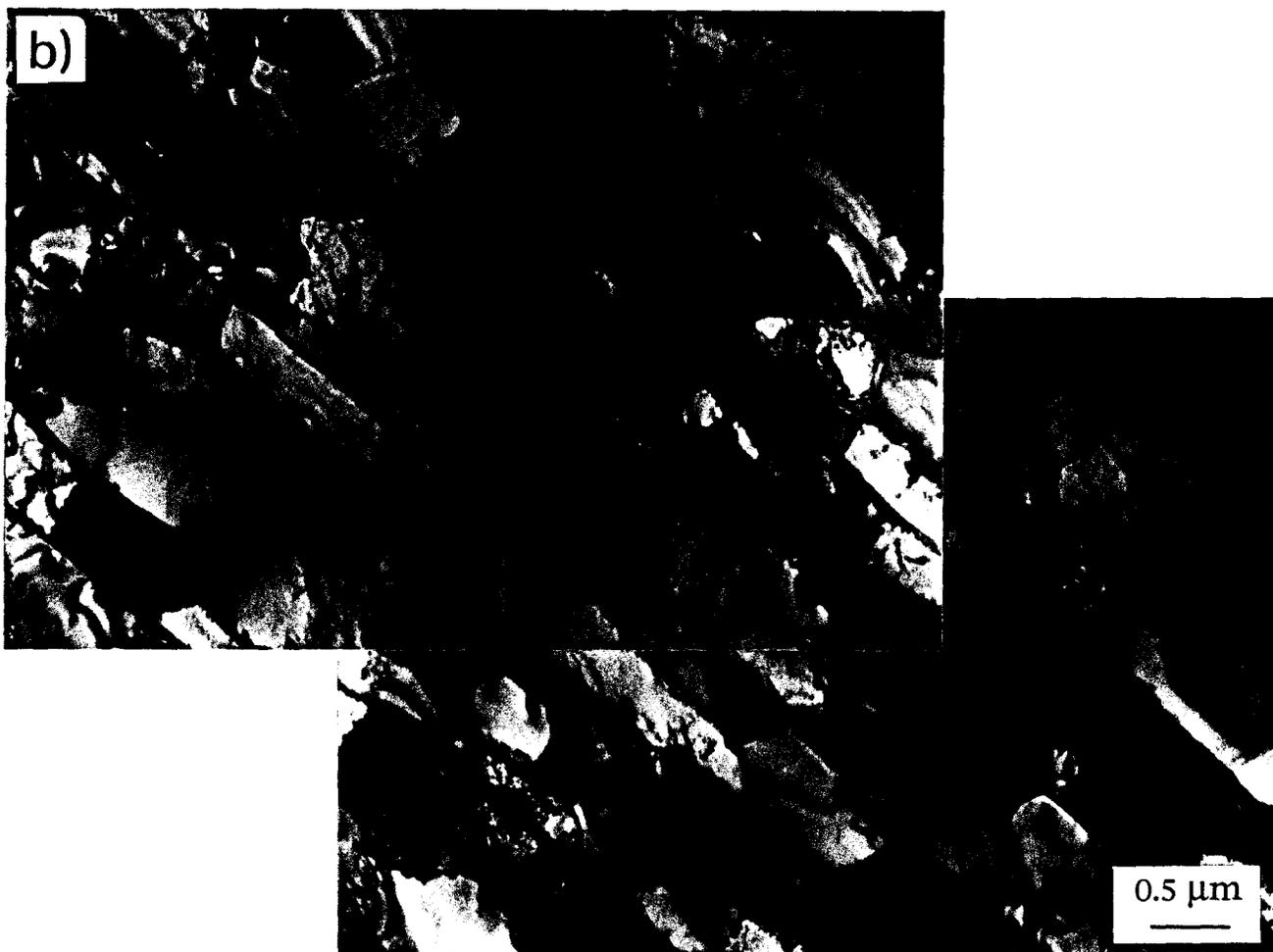


Figure IV-4 : Structure de dislocations dans l'acier C-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: b) Cellules en formation dans les lattes de martensite - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the C-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: b) Cells in the process of forming in the martensite laths - $T=300\text{ K}$



Figure IV-5 : Structure de dislocations dans l'acier N-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: a) Cellules plutôt bien formées contenant une forte densité de dislocations - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the N-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: a) Rather well-formed cells containing a high density of dislocations - $T=300\text{ K}$



Figure IV-5 : Structure de dislocations dans l'acier N-Si cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: b) Condensation de dislocations sur les joints des lattes les plus étroites - $T=300\text{ K}$

Dislocation structure in the N-Si material cycled at $\Delta\varepsilon_f=1.6\%$: b) Dislocation condensation on the boundaries of a narrow lath - $T=300\text{ K}$



Figure IV-6 : Structure de dislocations dans l'acier N cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$: Cellules équiaxes parfaitement formées et fortement désorientées - $T = 300\text{ K}$

Dislocation structure in the N material cycled at $\Delta\varepsilon_t = 1.6\%$: Well-formed and strongly misoriented equiaxed cells - $T = 300\text{ K}$

L'effet de la composition chimique sur l'arrangement des dislocations lors du cyclage est très marqué.

Le caractère biphasé de l'acier 12% Cr au carbone provoque un arrangement cellulaire qui se différencie de ceux observés dans les aciers 12% Cr à l'azote. Ainsi un arrangement cellulaire est observé uniquement dans les larges îlots ferritiques à bas niveau de déformation, alors qu'à haut niveau de déformation des arrangements cellulaires se forment à la fois dans les îlots ferritiques et dans les lattes de martensite.

Les deux aciers 12% Cr à l'azote étudiés présentent une microstructure semblable et sont le siège d'arrangements en cellules plus ou moins bien avancés dans les lattes de martensite suivant l'acier et le niveau de déformation. La teneur croissante en élément substitutionnel silicium dans ce type d'acier provoque un arrangement difficile des dislocations en cellules. L'effet de la composition chimique se situe à l'échelle des dislocations et peut par exemple être quantifié par des mesures de contraintes internes et effectives.

IV-2 MESURES DE CONTRAINTES INTERNES ET EFFECTIVES

IV-2-1 Fondement des mesures

La déformation macroscopique résulte du mouvement et de la multiplication des dislocations sous l'action d'une contrainte qui permet de vaincre les interactions s'opposant au déplacement des dislocations. Nous avons vu au cours du troisième chapitre que cette contrainte peut se diviser en deux composantes : la contrainte interne σ_i qui permet de franchir les obstacles à longue distance et la contrainte effective σ^* qui permet de franchir les obstacles à courte distance. La réalisation de telles mesures dans l'acier 12% Cr au carbone ne permettrait d'accéder qu'à une valeur moyenne des contraintes interne et effective dans les lattes de martensite et dans les îlots de ferrite, alors que dans les deux aciers 12% Cr à l'azote, elle permet d'accéder à une valeur des contraintes interne et effective à l'intérieur de chaque latte de martensite.

Des mesures n'ont alors été effectuées que dans les deux aciers 12% Cr à l'azote et ont permis de quantifier l'effet de la composition chimique à l'échelle microscopique des dislocations.

IV-2-2 Méthodes utilisées

A une température et une vitesse de déformation données, les contraintes internes et effectives sont facilement accessibles en sollicitation monotone par des essais de relaxation de contrainte, de décharge incrémentale, de décharge continue. Ces méthodes sont difficilement transposables à des sollicitations cycliques. Cependant, des méthodes en sollicitations cycliques permettent d'accéder à ces contraintes. Au cours des essais de fatigue, nous avons utilisé deux méthodes pour accéder aux contraintes internes et effectives : la méthode de Handfield-Dickson [2] et une méthode basée sur des changements de vitesse de déformation [3,4].

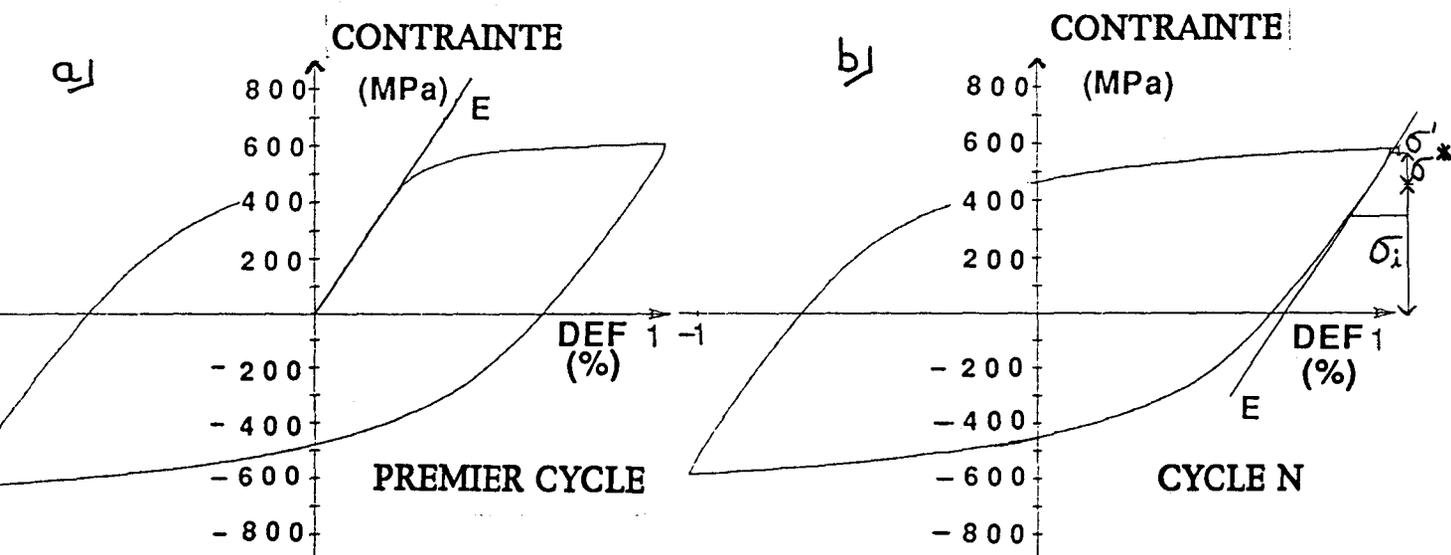


Figure IV-7 : Détermination des contraintes interne et effective par la méthode de Handfield-Dickson : a) détermination de la pente élastique sur le premier quart de cycle; b) détermination des points de décollement sur les boucles d'hystérésis

Determination of the internal and effective stresses by the Handfield-Dickson method : a) determination of the elastic slope at the first quarter of cycle; b) determination of the offset points on the hysteresis loops

IV-2-3 Résultats et discussion

IV-2-3-1 Méthode basée sur les boucles d'hystérésis

La première méthode utilisée, celle de Handfield-Dickson, repose sur l'analyse des boucles d'hystérésis tout au long du cyclage. A partir de la méthode de Kuhlmann-Wilsdorf et Laird [5], Handfield et Dickson ont adapté une méthode permettant d'accéder aux contraintes internes et effectives des matériaux polycristallins de la même manière que pour un essai à décharge continue réalisé en chargement monotone. Cette méthode, qui ne nécessite pas d'interruption de l'essai, est simple à mettre en oeuvre.

Au cours du premier quart de cycle, la pente élastique du matériau est déterminée (figure IV-7 a)) et est ensuite reportée systématiquement sur les branches en traction et en compression des boucles d'hystérésis ultérieures (figure IV-7 b)). Ainsi, deux points de décollement pour chaque chargement sont déterminés graphiquement. Ils correspondent aux points où la partie de la boucle s'écarte de 0.5 mm de la pente élastique, ce qui correspond à un écart de déformation de 0.01%. L'écart de contrainte entre deux points de décollement sur chaque branche correspond à $2 \sigma^*$. La valeur de contrainte repérée par σ' aux extrémités des boucles tient compte de la dynamique des dislocations lors de l'inversement du chargement et de problèmes de digitalisation de boucles. Pour les aciers étudiés, qui sont des aciers polycristallins durs, les valeurs de σ' sont très inférieures aux valeurs de σ^* et de σ_i . La valeur de la contrainte interne est alors obtenue par :

$$\sigma_i = \sigma - \sigma^* - \sigma'$$

Les résultats obtenus pour les différents matériaux lors des essais réalisés à haut niveau de déformation ($\Delta \epsilon_t = 1.6\%$) sont présentés sur les figures IV-8 et IV-9. Des mesures n'ont pu être effectuées lors d'essais à bas niveau de déformation ($\Delta \epsilon_t = 0.6\%$) car elles auraient été source de beaucoup trop d'imprécision lors des mesures.

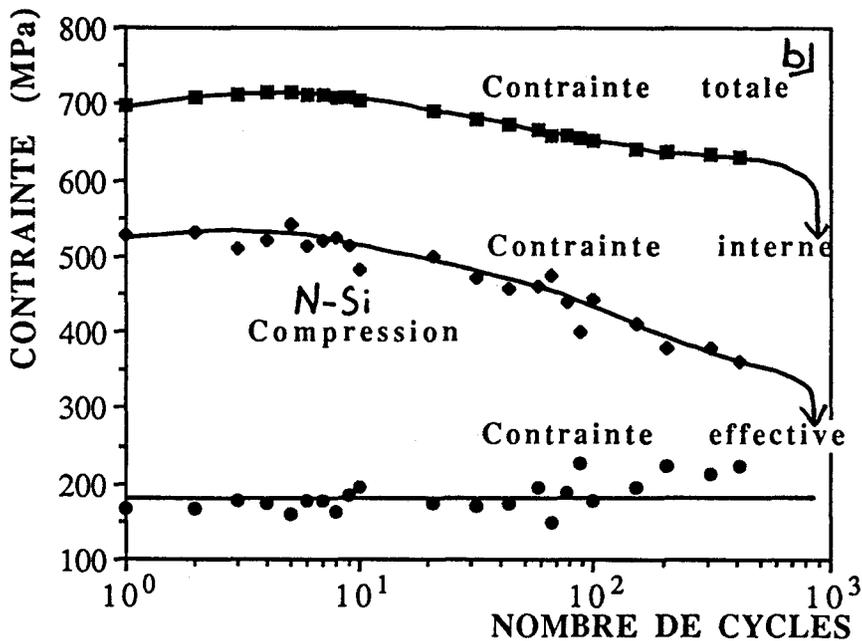
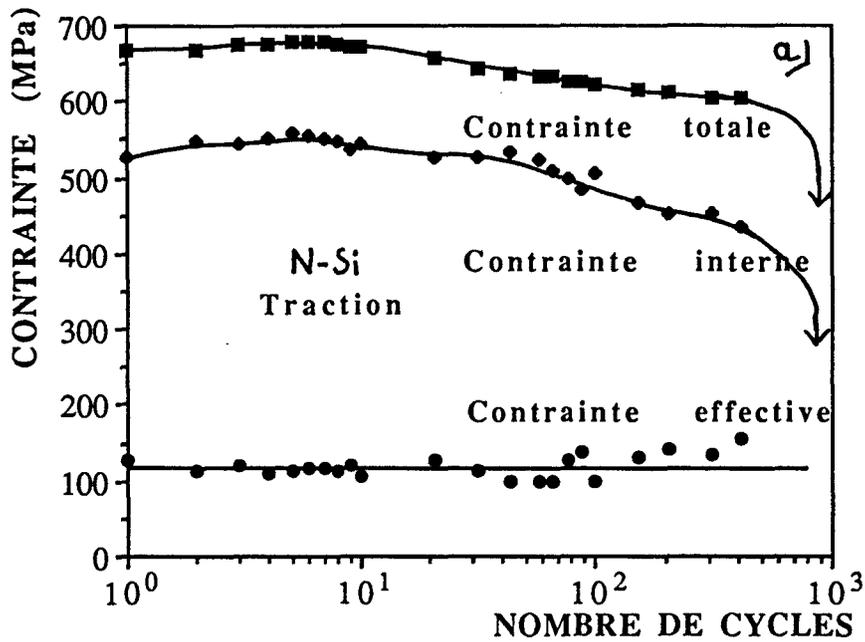


Figure IV-8: Détermination des contraintes effective et interne par la méthode de Handfield-Dickson au cours du cyclage à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ du matériau N-Si : a) Traction; b) Compression

Determination of the effective and internal stresses by the Handfield-Dickson method during cycling at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ of the N-Si material : a) Traction; b) Compression

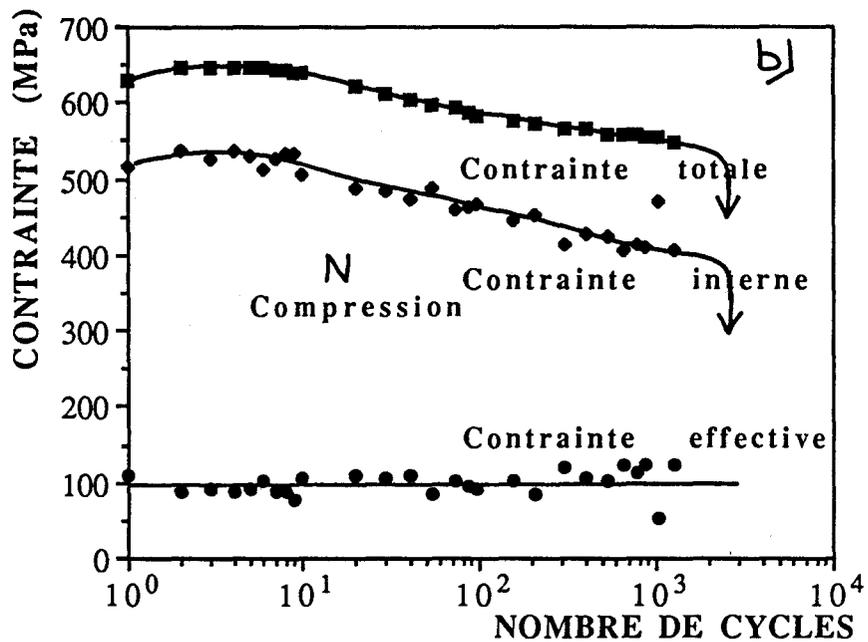
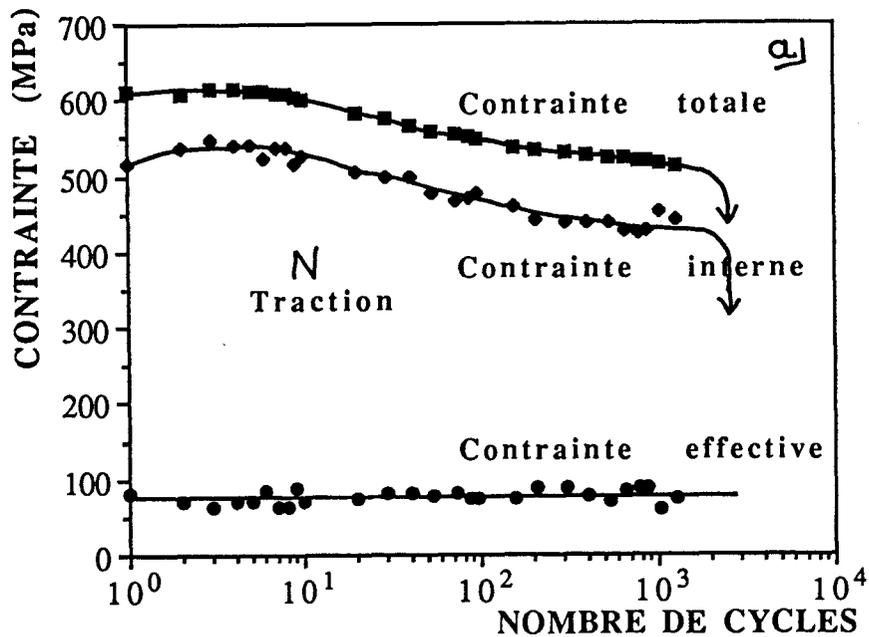


Figure IV-9: Détermination des contraintes effective et interne par la méthode de Handfield-Dickson au cours du cyclage à $\Delta\varepsilon=1.6\%$ du matériau N : a) Traction; b) Compression

Determination of the effective and internal stresses by the Handfield-Dickson method during cycling at $\Delta\varepsilon=1.6\%$ of the material N : a) Traction; b) Compression

Les courbes des figures IV-8 et IV-9 présentent les mêmes caractéristiques pour les deux matériaux.

La contrainte interne est plus faible en compression qu'en traction et elle est identique pour les deux matériaux pour chaque mode de chargement. Par contre, la contrainte effective est plus élevée en compression qu'en traction quel que soit le matériau et elle est bien plus élevée dans le matériau N-Si qu'elle ne l'est dans le matériau N.

C'est la contrainte interne qui impose la forme de la courbe de la contrainte d'écoulement macroscopique au cours du cyclage. La contrainte interne reste très largement supérieure à la contrainte effective qui reste quasiment constante tout au long du cyclage. Les matériaux pour lesquels la contrainte interne n'impose pas l'évolution de la contrainte macroscopique sont peu fréquents. On l'observe dans des matériaux où la dynamique des dislocations est très fortement influencée par l'ordre à courte distance dans le cas d'aciers austénitiques fortement alliés à l'azote [6] ou par une cristallographie particulière dans le cas de cristaux de Ni₃Ge [7].

Une moyenne des valeurs de contraintes effectives de traction et de compression et sur l'ensemble des essais pour chaque matériau a été réalisée et présentée dans le tableau IV-10. Il apparaît que la contrainte effective moyenne de l'acier N-Si est plus élevée de 64 MPa par rapport à celle de l'acier N. Pour ce niveau de déformation, un écart moyen de 73 MPa entre les contraintes d'écoulement stabilisées moyennes des aciers N-Si et N avait été trouvé au chapitre précédent (cf tableaux III-4 et III-5). L'augmentation de la contrainte macroscopique dans le matériau N-Si par rapport au matériau N provoquée par l'augmentation de la contrainte effective semble s'expliquer par l'action des atomes de silicium non combinés dans la solution solide qui créent de fortes interactions avec les dislocations.

Pour chacun des matériaux, la valeur absolue de la contrainte effective mesurée en compression est largement supérieure à la contrainte effective mesurée en traction. Dans le cas de matériaux polycristallins, cette différence ne peut être attribuable à une dissymétrie de glissement mais plutôt à un effet Bauschinger.

matériau/n°essai	σ^* trac (MPa)	σ^* comp (MPa)	σ^* moyen (MPa)
N-Si/FO 54	132	201	159
N-Si/FO 60	119	184	
N / FO 84	77	100	95
N / FO 85	78	123	

Tableau IV-10 : Valeurs de contraintes effectives obtenues par la méthode de Handfield-Dickson
Values of effective stresses obtained by the Handfield-Dickson method

IV-2-3-2 Méthode basée sur des changements de vitesse de déformation

L'utilisation d'une deuxième méthode basée sur des changements de vitesse de déformation va permettre de connaître la cohérence des résultats obtenus par la méthode de Handfield-Dickson. Cette deuxième méthode est basée sur la relation qui lie la vitesse de déformation à la contrainte effective :

$$\dot{\epsilon} \propto \rho b (\sigma^*)^{m^*}$$

avec ρ la densité de dislocations mobiles, b le vecteur de Burgers et m^* une grandeur caractéristique du matériau, dépendante de la température.

Si l'on modifie très rapidement la vitesse de déformation d'un échantillon déformé à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_1$, le changement de vitesse ($\dot{\epsilon}_1 \rightarrow \dot{\epsilon}_2$) provoque une variation de contrainte $\Delta\sigma$ (figure IV-11). Pour un changement de vitesse tel que $0.1 < \dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2 < 10$ et réalisé durant une durée très courte, on peut supposer que la densité de dislocations reste constante ainsi que la microstructure formée. Pour un essai réalisé à température constante, on a alors :

$$\Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \ln \sigma^* = m^*$$

Pour les conditions de changement de vitesse qui viennent d'être décrites, la variation de contrainte d'écoulement ($\Delta\sigma$) correspond à une variation de contrainte effective ($\Delta\sigma^*$). On peut alors écrire :

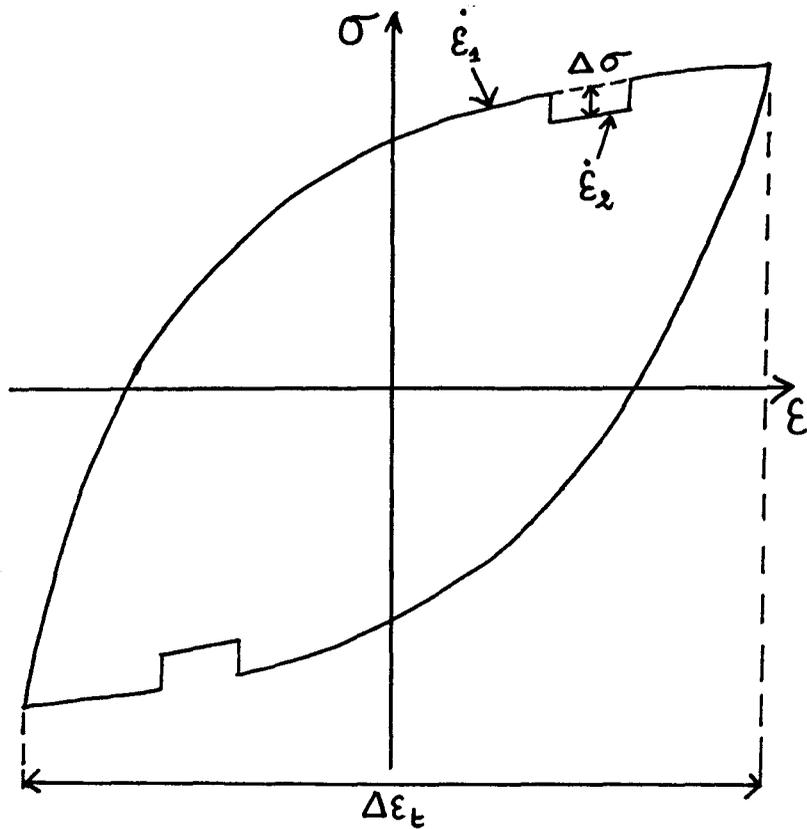


Figure IV-11 : Méthode avec un changement de vitesse de déformation
 Method involving a single cycling of the strain rate

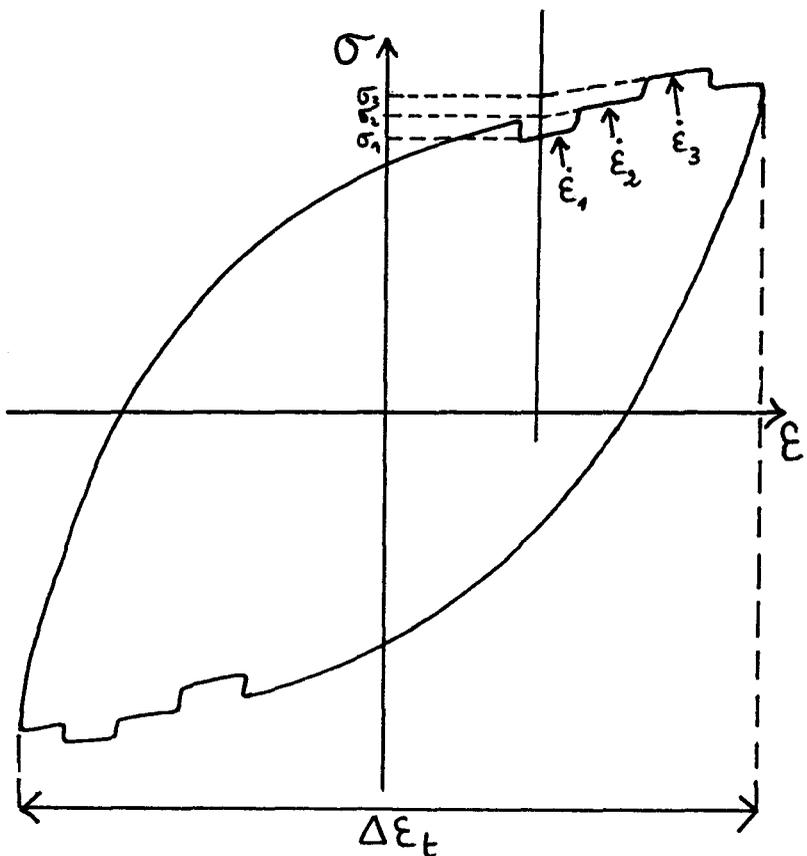


Figure IV-12 : Méthode avec un double changement de vitesse de déformation
 Method involving a double cycling of the strain rate

$$\text{Ln}(\sigma_2^*/\sigma_1^*) = \text{Ln}((\sigma_1^* + \Delta\sigma)/\sigma_1^*) = \frac{1}{m^*} \text{Ln}(\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)$$

avec σ_1^* : la contrainte effective pour la vitesse de déformation ϵ_1

σ_2^* : la contrainte effective pour la vitesse de déformation ϵ_2

Les valeurs des contraintes effective et interne correspondant à la vitesse de déformation ϵ_1 sont alors données par :

$$\sigma_1^* = \Delta\sigma / ((\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)^{1/m^*} - 1)$$

$$\sigma_{i1} = \sigma_1 - \sigma_1^*$$

σ_1 correspond à la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_1$.

Pour calculer σ_1^* , il est indispensable de connaître m^* . Pour déterminer ce paramètre, nous avons réalisé un double changement de vitesse de déformation (figure IV-12) ($\dot{\epsilon}_1 \rightarrow \dot{\epsilon}_2 \rightarrow \dot{\epsilon}_3$) [4] tel que :

$$\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1 = \dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$$

alors :

$$\begin{aligned} m^* &= \text{Ln}(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1) / \text{Ln}((\sigma_2 - \sigma_0)/(\sigma_1 - \sigma_0)) \\ &= \text{Ln}(\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2) / \text{Ln}((\sigma_3 - \sigma_0)/(\sigma_2 - \sigma_0)) \end{aligned}$$

avec : σ_1, σ_2 et σ_3 les contraintes d'écoulement correspondant aux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1, \dot{\epsilon}_2$ et $\dot{\epsilon}_3$ (figure IV-12)

et

$$\sigma_0 = (\sigma_1\sigma_3 - \sigma_2^2) / (\sigma_1 + \sigma_3 - 2\sigma_2)$$

Les essais réalisés avec un double changement de vitesse ont été menés pour $\dot{\epsilon}_1 = 4.10^{-5} \text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}_2 = 4.10^{-4} \text{s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_3 = 4.10^{-3} \text{s}^{-1}$. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau IV-13 pour l'acier N-Si et dans le tableau IV-14 pour l'acier N. Seules les valeurs obtenues à la stabilisation apparaissent.

Le tableau IV-15 présente alors les valeurs moyennes de m^* obtenues pour chacun des deux aciers.

n°cycle (chargt)	$\dot{\epsilon}_1$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_2$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_3$ (s ⁻¹)	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)	σ_0 (MPa)	Ln($\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1$)	Ln($\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2$)
202 (traction)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	603	613	628	583	5.68	5.68
202 (comp.)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	591	599	611	575	5.68	5.68
246 (traction)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	584	594	609	564	5.68	5.68
246 (comp.)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	593	604	620	569	6.10	6.12
261 (traction)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	602	611	624	582	6.20	6.22
261 (comp.)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	604	615	631	580	6.10	6.12

Tableau IV-13 : Calcul du paramètre m^ pour l'acier N-Si par la méthode du double changement de vitesse de déformation*
 m^ parameter calculation of the N-Si steel by the double cycling of the strain rate test*

n°cycle (charg ^t)	$\dot{\epsilon}_1$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_2$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_3$ (s ⁻¹)	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	σ_3 (MPa)	σ_0 (MPa)	$\ln(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)$	$\ln(\dot{\epsilon}_3/\dot{\epsilon}_2)$
127 (traction)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	569	575	585	560	4.51	4.51
127 (comp.)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	576	583	595	566	4.34	4.31
187 (traction)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	556	563	575	546	4.31	4.31
187 (comp.)	4.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	4.10 ⁻³	554	561	573	544	4.34	4.31

Tableau IV-14 : Calcul du paramètre m^ pour l'acier N par la méthode du double changement de vitesse de déformation*

m^ parameter calculation of the N-Nb steel by the double cycling of the strain rate test*

matériau	m^*
N-Si	5.9
N	4.4

Tableau IV-15 : Valeurs moyennes de m^ pour les aciers 12%Cr à l'azote*

Mean values of m^ for the nitrogen alloyed 12% Cr steels*

Comme il a été observé dans des polycristaux Fe-Si en chargement monotone [8] et dans des monocristaux Fe-Si en chargement cyclique [9], le paramètre m^* dans un acier 12% Cr à l'azote augmente quand la teneur en silicium augmente.

La connaissance de m^* permet ainsi de déterminer les contraintes effectives lors d'essais à un seul changement de vitesse de déformation. Les résultats sont présentés dans les tableaux IV-16 et IV-17, respectivement pour les aciers N-Si et N. Là encore, seuls les cycles stabilisés sont présentés.

n°cycle (charg ^t)	$\dot{\epsilon}_1$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_2$ (s ⁻¹)	$\Delta\sigma$ (MPa)	σ_1^* (MPa)
220 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	15.3	32.1
220 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.3	30.0
275 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.3	30.0
275 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.3	27.9
386 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	15.3	32.1
386 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.3	30.0
435 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.3	30.0
435 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.3	30.0

Tableau IV-16 : Détermination pour l'acier N-Si de contraintes effectives avec la méthode à un changement de vitesse de déformation
Determination for the N-Si steel of the effective stresses by the method with the single cycling of the strain rate test

n°cycle (charg ^t)	$\dot{\epsilon}_1$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_2$ (s ⁻¹)	$\Delta\sigma$ (MPa)	σ_1^* (MPa)
109 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	14.0	20.2
109 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.0	18.7
148 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	11.0	15.9
148 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	12.0	17.3
280 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.0	18.7
280 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.0	18.7
290 (traction)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.0	18.7
290 (comp.)	4. 10 ⁻³	4. 10 ⁻⁴	13.0	18.7

*Tableau IV-17 : Détermination pour l'acier N de contraintes effectives avec la méthode à un changement de vitesse de déformation
Determination for the N steel of the effective stresses by the method with the single cycling of the strain rate test*

Comme pour la première méthode utilisée, on observe avec la méthode à changement de vitesse que l'augmentation de la teneur en silicium dans un acier 12% Cr provoque l'augmentation de la contrainte effective. Avec cette deuxième méthode, les valeurs des contraintes effectives obtenues en traction et en compression sont comparables pour les deux matériaux étudiés avec une légère dispersion liée à la difficulté de la mesure.

Le tableau IV-18 regroupe les valeurs moyennes des contraintes effectives obtenues par les deux méthodes pour la vitesse de déformation de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$:

méthode	N-Si	N	$\frac{\sigma^*_{\text{N-Si}}}{\sigma^*_\text{N}}$
Handfield-Dickson	159	95	1.67
Changement de vitesse de déf.	30.3	18.4	1.65

$\sigma^*_{\text{N-Si}}$ =contrainte effective moyenne de l'acier N-Si

σ^*_N =contrainte effective moyenne de l'acier N

Tableau IV-18 : Valeurs des contraintes effectives moyennes obtenues à $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ par les deux méthodes

Mean effective stress values at $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ obtained with the two methods

Les contraintes effectives obtenues par la méthode du changement de vitesse de déformation sont très largement inférieures à celles obtenues par la méthode de Handfield-Dickson. Mais pour ces deux méthodes, le rapport $\sigma^*_{\text{N-Si}}/\sigma^*_\text{N}$ reste le même.

Ces deux méthodes montrent que même pour des quantités en silicium relativement faibles, le doublement de la teneur massique en silicium (0.08% -> 0.20%) dans un acier 12% Cr à l'azote provoque presque le doublement de la contrainte effective. La contrainte interne n'est pas

observations faites par Sestak [9] dans du fer- α monocristallin dans lequel la teneur en silicium varie de 0 à 3% massique. Dans de tels monocristaux de fer pur, l'augmentation de la teneur en silicium diminue la mobilité des dislocations non vis alors qu'elle n'affecte pas celle des dislocations vis. La contrainte interne est fortement augmentée par l'introduction de silicium. Les cristaux Fe-Si déformés cycliquement à 295 K présentent alors d'importantes similitudes avec des métaux de structure cubique à faces centrées.

L'observation d'arrangements de dislocations en cellules, l'imposition de la contrainte macroscopique par la contrainte interne qui est largement plus élevée que la contrainte effective, montrent que les deux aciers 12% Cr alliés à l'azote étudiés présentent un comportement proche de celui des matériaux cubiques à faces centrées. Cependant, l'augmentation de la teneur en silicium tend à rapprocher l'acier 12% Cr à l'azote d'un comportement cubique centré en augmentant la valeur de la contrainte effective. Les teneurs en silicium étant largement inférieures à 1% massique, les atomes de silicium vont se trouver essentiellement sous forme non combinée et constituer des obstacles à courte distance efficaces au mouvement des dislocations en créant de fortes interactions avec elles.

IV-3 ENERGIE DE DEFORMATION PLASTIQUE CYCLIQUE

IV-3-1 Définition de l'énergie de déformation plastique cyclique et l'intérêt de l'utiliser comme critère de dommage

Au cours d'un cycle en fatigue oligocyclique, un matériau absorbe et dissipe une certaine quantité d'énergie définie par l'aire de la boucle d'hystérésis contrainte-déformation qui est appelée énergie de déformation plastique par cycle.

A l'échelle microscopique, la déformation plastique cyclique, facteur endommageant en fatigue, est le résultat du mouvement des dislocations et la contrainte cyclique traduit la résistance au déplacement des dislocations [10]. L'énergie de déformation plastique par cycle peut alors être considérée comme une mesure de dommage par cycle et la résistance à la fatigue d'un matériau peut être définie comme sa capacité à absorber et à dissiper de l'énergie [10]. Morrow [10] et Halford [11] définissent alors l'énergie de déformation plastique par cycle comme une ténacité de fatigue.

Chaque matériau a alors la capacité de dissiper une certaine quantité d'énergie et quand cette limite est atteinte, des fissures se propagent et la rupture se produit [12].

Mais il est important de noter que l'énergie emmagasinée et dissipée par un matériau ne représente que quelques pourcents de l'énergie fournie au matériau qui est essentiellement perdue sous forme de chaleur [13].

La figure IV-19 présente pour un cycle les énergies de déformation plastique notée, ΔW_p , et élastique, notée ΔW_e . L'énergie de déformation plastique permet la création et le mouvement des dislocations. Elle est irrécupérable comparée à l'énergie de déformation élastique ΔW_e qui est récupérable. En effet, ΔW_e correspond aux interactions élastiques entre dislocations, aux distorsions des liaisons atomiques, aux dissociations de dislocations.

On peut remarquer que depuis quelques années, c'est le critère d'énergie de déformation totale, correspondant à la somme des énergies de déformation plastique et élastique, qui est adopté [14, 15].

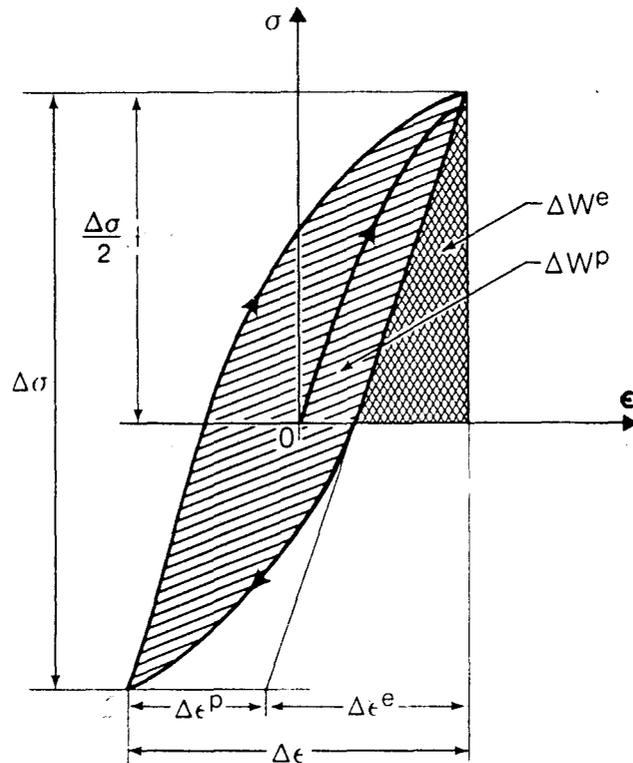


Figure IV-19 : Représentation de l'énergie de déformation plastique ΔW_p et de l'énergie de déformation élastique ΔW_e sur une boucle d'hystérésis

Representation of the plastic ΔW_p and elastic ΔW_e deformation energy on an hysteresis loop

L'énergie de déformation plastique cumulée à rupture W_t correspond à la somme : $W_t = \sum_{N=1}^{N=N_f} (\Delta W_p)_N$.

Il est intéressant d'utiliser les critères d'énergie plastique par cycle et d'énergie plastique cumulée car ils tiennent compte à la fois de la contrainte, de la déformation plastique et du nombre de cycles à rupture. Le critère énergie permet de relier les mécanismes de plasticité aux durées de vie.

IV-3-2 Résultats et discussion

Une acquisition informatique des boucles d'hystérésis au cours du cyclage a été effectuée. Les boucles d'hystérésis enregistrées évoluent et se stabilisent dans le cas où un régime stable existe.

Les figures IV-20 et IV-21 présentent l'évolution des boucles d'hystérésis des matériaux N-Si et N au cours du cyclage à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$ et $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$.

Un programme directement relié à l'acquisition a permis de calculer l'aire des boucles d'hystérésis. Les figures IV-22 et IV-23 présentent l'évolution de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p pour les différents essais réalisés sur les deux aciers 12% Cr à l'azote. Comme ΔW_p dépend à la fois de la contrainte et de la déformation plastique, les évolutions de ces deux grandeurs au cours du cyclage sont présentées en même temps que celle de ΔW_p .

Pour les cinq niveaux de déformation totale imposés dans l'acier N-Si, il se dégage deux types d'évolution :

- pour $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; 1.0% et 1.2% : ΔW_p suit l'évolution de la déformation plastique, c'est-à-dire que durant les premiers cycles, ΔW_p décroît puis croît
- pour $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ et 2.0% : ΔW_p décroît tout au long du cyclage. La décroissance est assez faible à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$ alors qu'elle est bien marquée à $\Delta\varepsilon_t=2.0\%$.

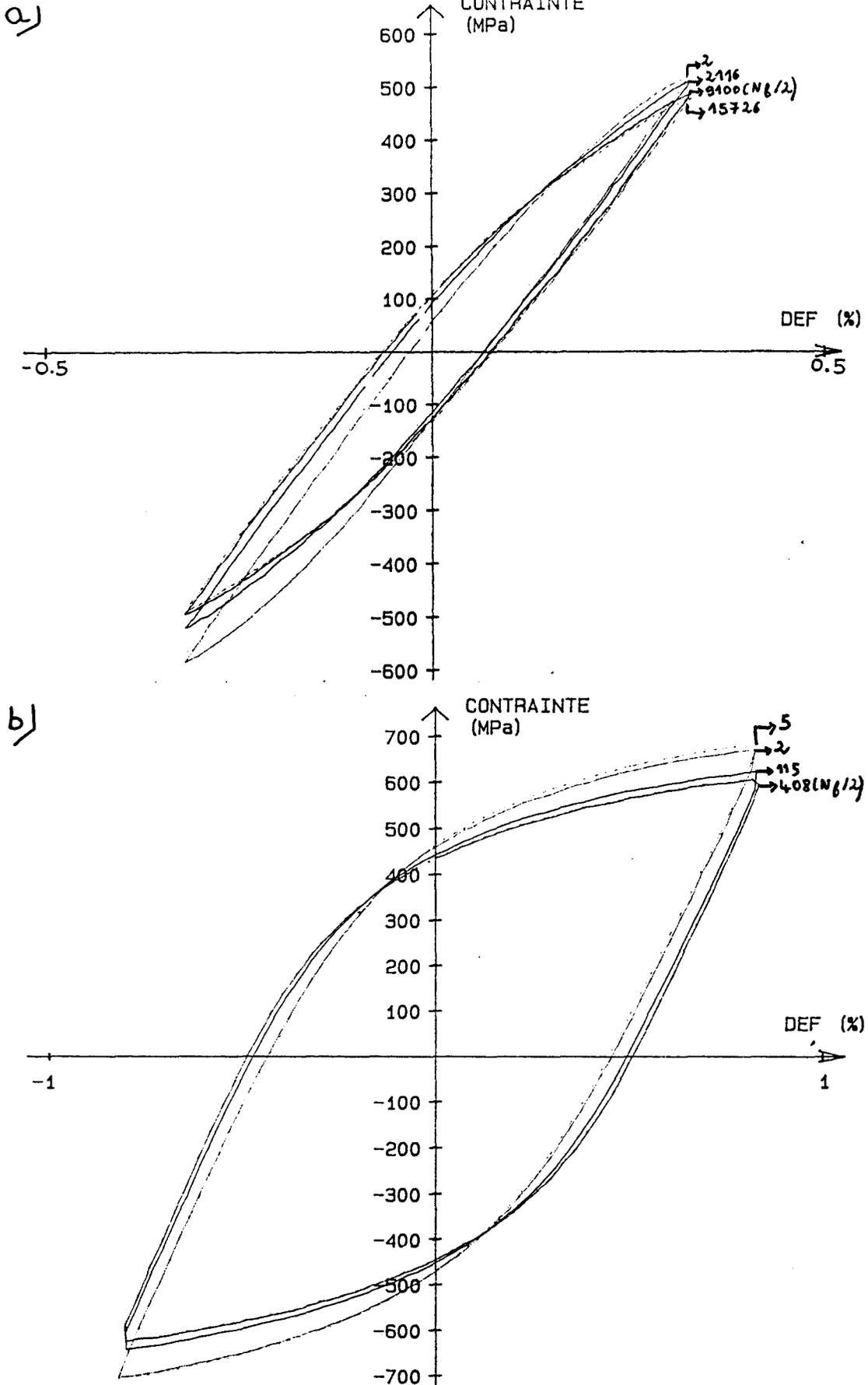


Figure IV-20 : Evolution des boucles d'hystérésis de l'acier N-Si au cours du cyclage : a) à $\Delta\varepsilon_1=0.6\%$; b) à $\Delta\varepsilon_1=1.6\%$

Hysteresis loop evolution of the N-Si steel during cycling :
a) at $\Delta\varepsilon_1=0.6\%$; b) at $\Delta\varepsilon_1=1.6\%$

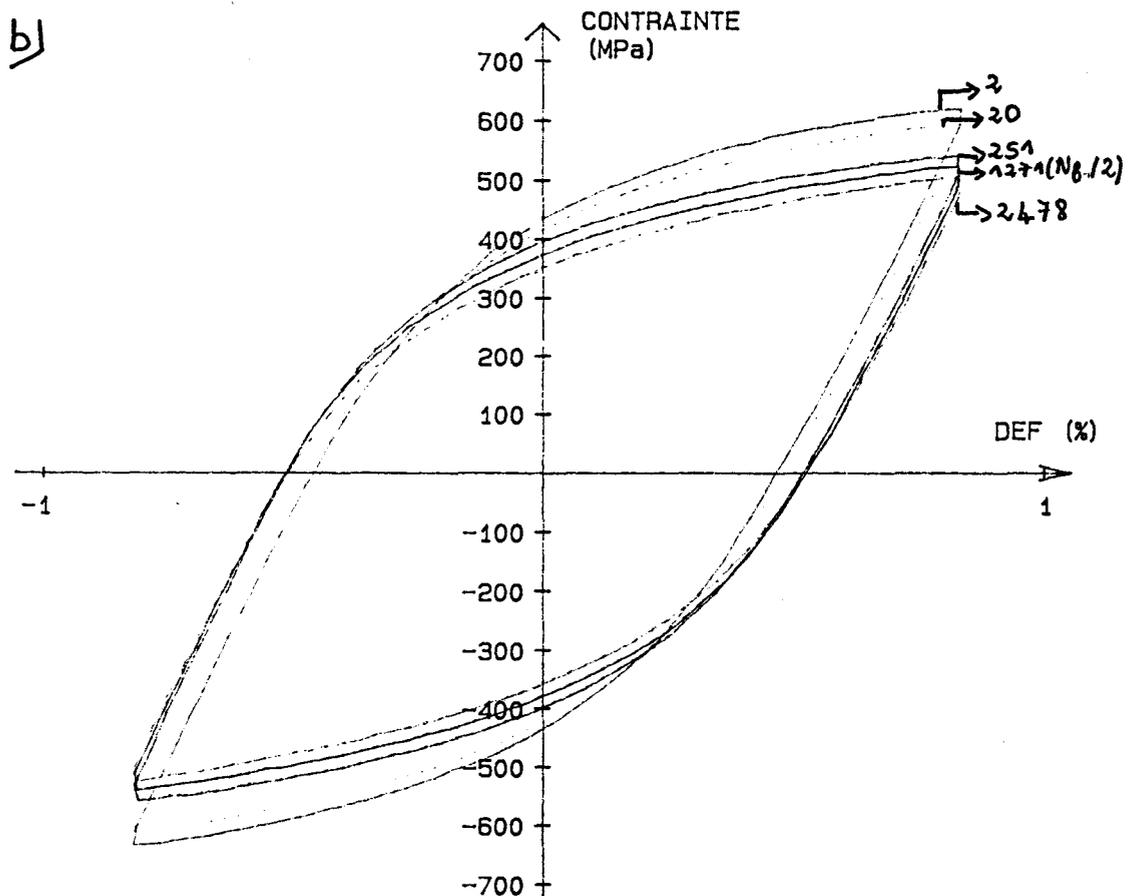
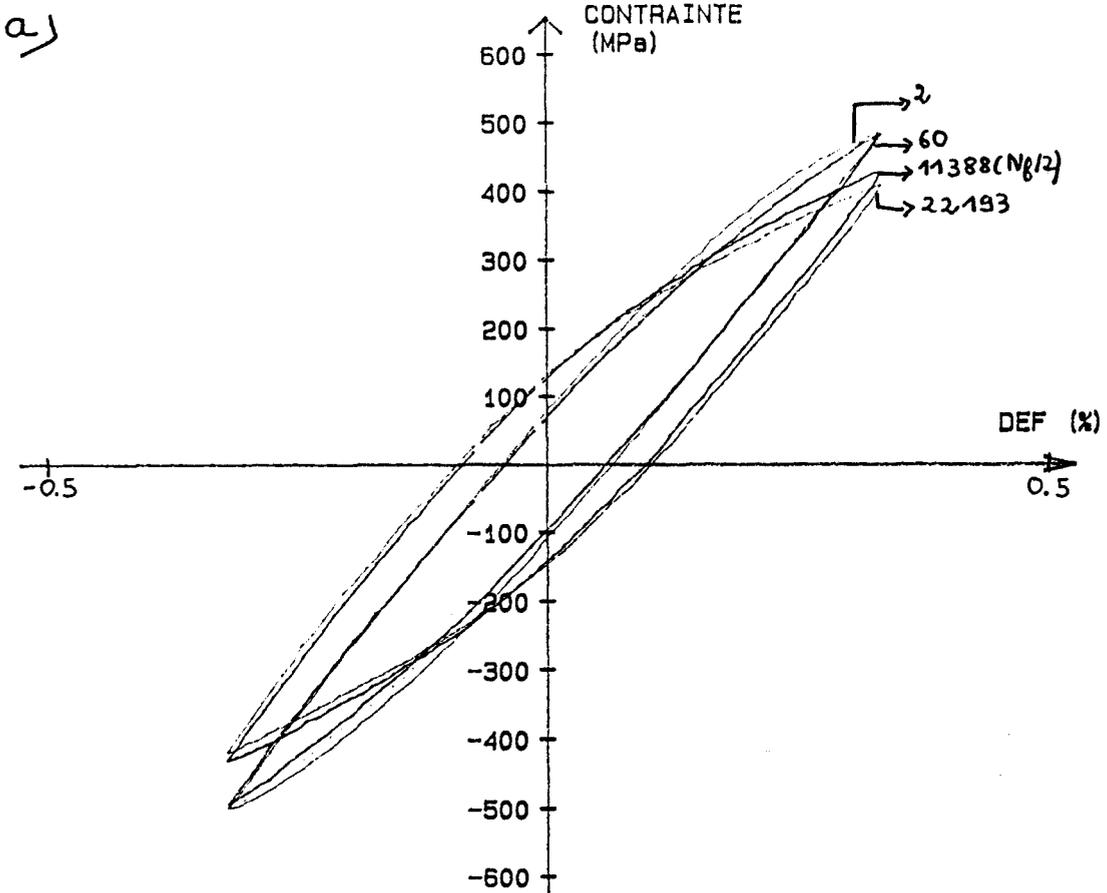


Figure IV-21 : Evolution des boucles d'hystérésis de l'acier N au cours du cyclage : a) à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$

Hysteresis loop evolution of the N steel during cycling :
a) at $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$; b) at $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$

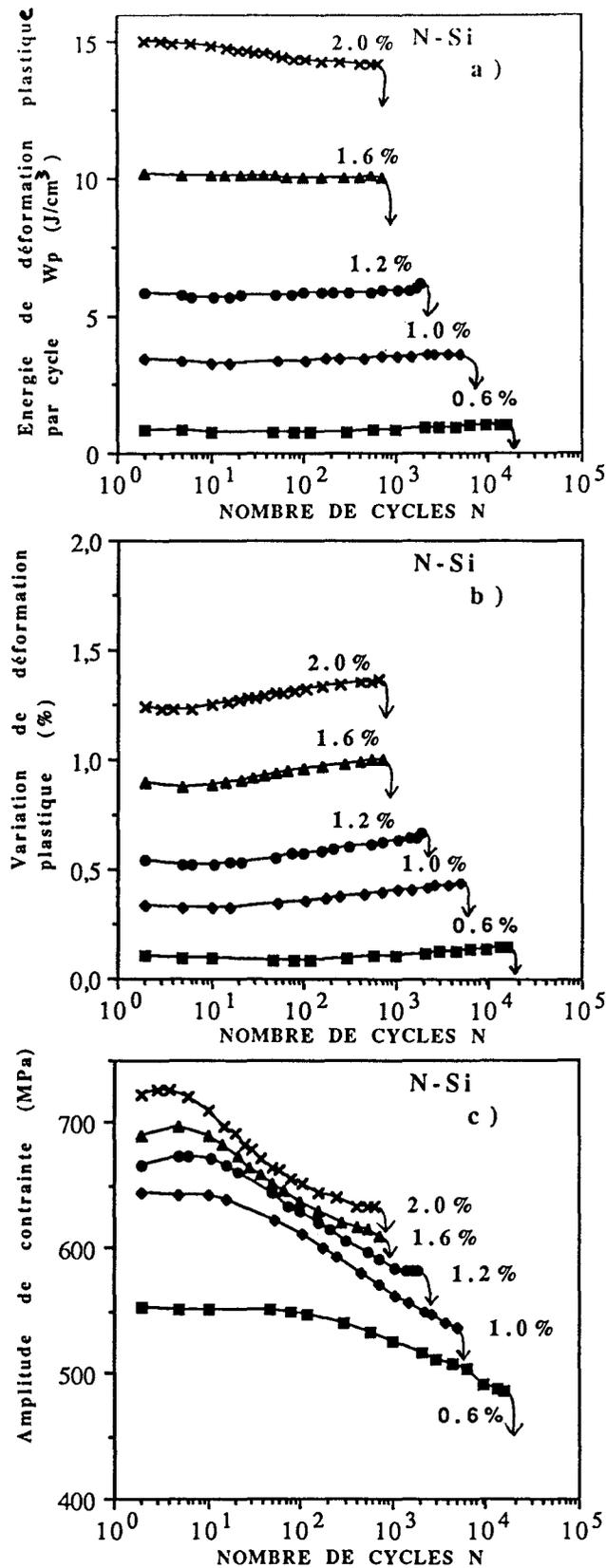


Figure IV-22 : Evolutions dans l'acier N-Si : a) de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p ; b) de la variation de déformation plastique $\Delta \epsilon_p$; c) de l'amplitude de contrainte $\Delta \sigma/2$
 Evolutions during tests performed in the N-Si steel of :
 a) Plastic deformation energy per cycle ΔW_p ; b) plastic deformation range $\Delta \epsilon_p$; c) and stress amplitude $\Delta \sigma/2$

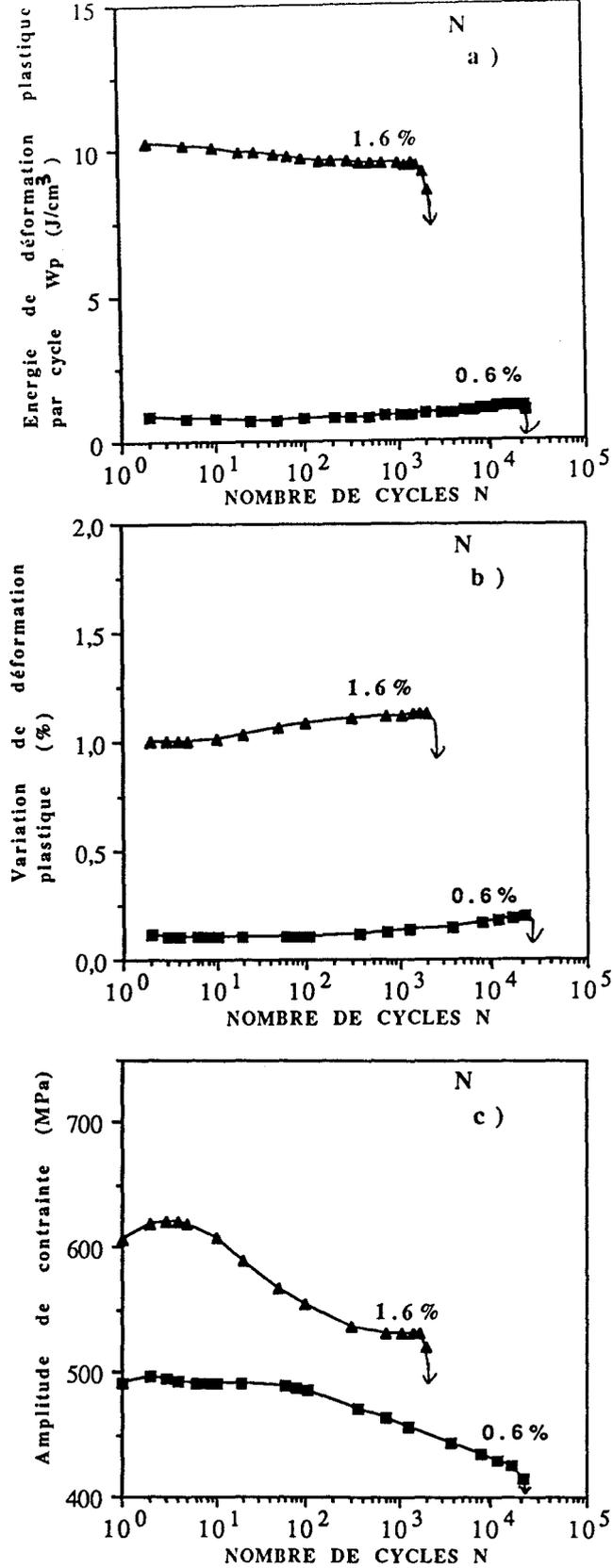


Figure IV-23 : Evolutions dans l'acier N : a) de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p ; b) de la variation de déformation plastique $\Delta \epsilon_p$; c) de l'amplitude de contrainte $\Delta \sigma/2$

Evolutions during tests performed in the N steel of :
 a) plastic deformation energy per cycle ΔW_p ; b) plastic deformation range $\Delta \epsilon_p$; c) stress amplitude $\Delta \sigma/2$

L'évolution de l'énergie de déformation plastique par cycle dans l'acier N pour les deux niveaux de déformation totale imposés correspond à celle trouvée dans l'acier N-Si : à $\Delta\varepsilon_t=0.6\%$, la décroissance puis la croissance de ΔW_p est observée tandis qu'à $\Delta\varepsilon_t=1.6\%$, ΔW_p ne fait que de décroître.

Les observations microstructurales réalisées précédemment permettent de comprendre les différentes évolutions de l'énergie de déformation plastique observées dans les deux aciers 12% Cr à l'azote. Considérons l'énergie de déformation plastique ΔW_p comme une énergie d'activation de lattes, soit l'énergie à fournir pour activer le glissement dans les lattes.

Pour les bas niveaux de déformation, seul un nombre restreint de lattes est activé dès le début du cyclage pour accommoder la déformation plastique faible. On observe alors une légère diminution de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p au cours des tous premiers cycles car l'accommodation de la déformation plastique se fait seulement au niveau des lattes activées. Puis ces dernières saturent. Il est alors nécessaire d'activer du glissement dans d'autres lattes. Quand les dernières lattes activées saturent à leur tour, de nouvelles lattes sont activées etc.... On observe alors une croissance continue de l'énergie de déformation plastique cyclique ((figures IV-17 et IV-18) car le système ne tend pas vers un état d'équilibre. Comme le matériau organise peu à peu les dislocations initialement présentes, la contrainte ne fait que décroître. Cette évolution de l'énergie de déformation plastique cyclique est en accord avec les observations microstructurales faites à rupture. Pour les deux matériaux, des arrangements de dislocations dans différents états d'avancement sont observés à l'intérieur des lattes.

Pour les hauts niveaux de déformation, toutes les lattes sont activées dès les premiers cycles pour accommoder la déformation plastique. Comme celle-ci est élevée, le matériau doit fournir une forte densité de dislocations dès le début du cyclage, ce qui provoque le durcissement initial observé, et petit à petit, le système tend vers un état d'équilibre avec l'organisation progressive des dislocations en cellules dans l'ensemble des lattes activées. On observe alors une décroissance continue de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p tout au long du cyclage et de l'amplitude de contrainte. Un arrangement des dislocations en cellules bien définies dans l'ensemble des lattes est observé pour les deux matériaux.

Comme il l'a été réalisé au chapitre précédent pour la variation de déformation plastique et l'amplitude de contrainte prises à $N_r/2$, la figure IV-24 présente l'évolution de l'énergie de déformation plastique par cycle relevée à la moitié de la durée de vie en fonction du nombre de cycles à rupture N_r .

On remarquera que les énergies de déformation plastique par cycle ΔW_p des deux aciers N-Si et N pour chaque niveau de déformation commun ($\Delta \epsilon_t=0.6\%$ et $\Delta \epsilon_t=1.6\%$) sont très proches.

D'après la figure IV-24, une loi-puissance lie l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p au nombre de cycles à rupture N_r pour les deux aciers :

$$\Delta W_p = 2182(N_r)^{-0.753} \quad \text{pour l'acier N-Si}$$

$$\Delta W_p = 16261(N_r)^{-0.970} \quad \text{pour l'acier N}$$

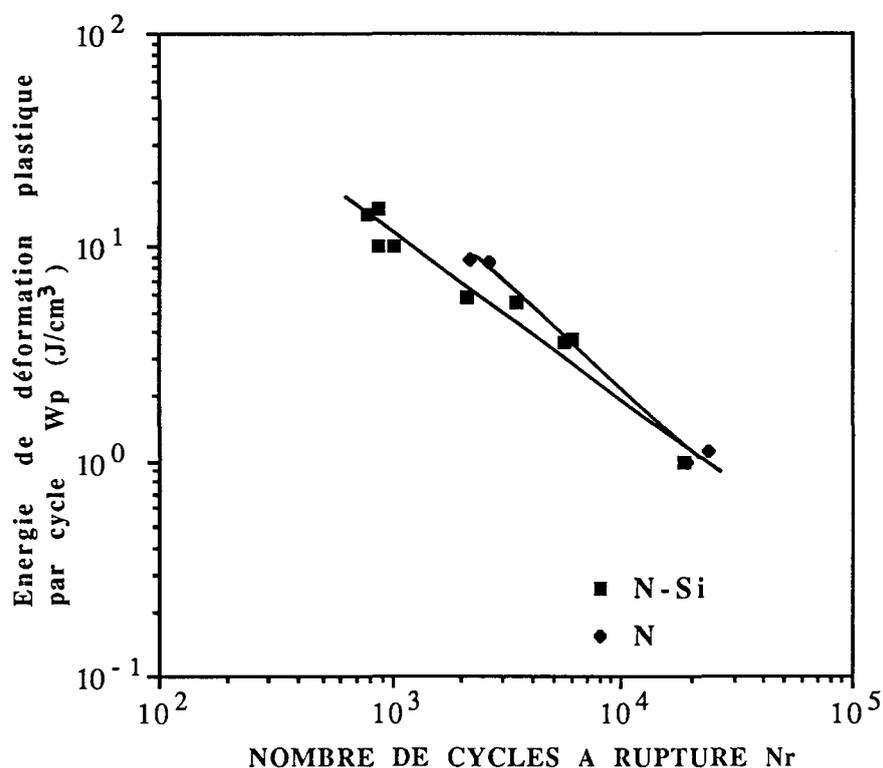


Figure IV-24 : Evolution de l'énergie de déformation plastique par cycle ΔW_p relevée à la moitié de la durée de vie en fonction du nombre de cycles à rupture N_r pour les deux aciers N-Si et N
Evolution of the plastic deformation energy per cycle ΔW_p recorded at the half-life versus the number of cycles to rupture N_r for the N-Si and N steels

Les tableaux IV-25 et IV-26 présentent les valeurs des énergies de déformation plastique cumulée à rupture W_t obtenues par une sommation par moindres carrés au cours des différents essais réalisés. La teneur en silicium dans des aciers 12% Cr à l'azote semble modifier la dépendance de l'énergie de déformation plastique cumulée W_t vis-à-vis du nombre de cycles à rupture.

Alors que l'énergie totale W_t de l'acier 12% Cr à l'azote le plus chargé en silicium N-Si augmente quand le nombre de cycles à rupture N_r augmente, celle de l'acier 12% Cr à l'azote le moins chargé en silicium N semble indépendante du niveau de déformation totale imposée. C'est en général une augmentation de W_t avec le nombre de cycles à rupture qui est observée dans les matériaux [16].

La figure IV-27 présente la dépendance de W_t vis-à-vis de N_r pour les deux aciers N-Si et N.

Dans le cas de l'acier N, des essais supplémentaires permettraient de savoir si ce matériau est insensible à l'histoire du chargement.

n°essai	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	N_r	W_t (J/cm ³)
FO 52	0.6%	18277	18302
FO 53	1.0%	6000	22050
FO 61	1.0%	5471	16854
FO 63	1.2%	3454	19281
FO 64	1.2%	2107	12499
FO 54	1.6%	1020	9512
FO 60	1.6%	854	8501
FO 58	2.0%	780	11090
FO 59	2.0%	866	13232

Tableau IV-25 : Valeurs de l'énergie de déformation plastique cumulée à rupture W_t calculées pour différents essais réalisés dans l'acier N-Si

Plastic deformation energy cumulated up to rupture W_t values calculated for the tests performed in the N-Si steel

n°essai	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	N_r	W_t (J/cm ³)
FO 83	0.6%	22985	24127
FO 86	0.6%	18661	18675
FO 84	1.6%	2654	22057
FO 85	1.6%	2190	19383

Tableau IV-26 : Valeurs de l'énergie de déformation plastique cumulée à rupture W_t calculées pour différents essais réalisés dans l'acier N

Plastic deformation energy cumulated up to rupture W_t values calculated for the tests performed in the N steel

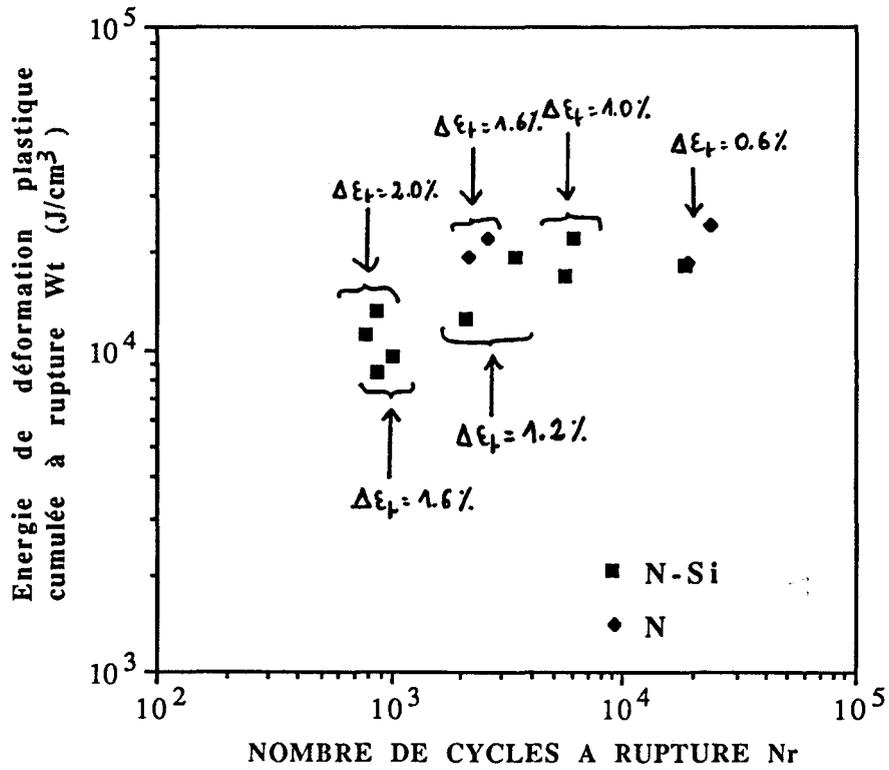


Figure IV-27 : Dépendance de l'énergie de déformation plastique cumulée W_t vis-à-vis du nombre de cycles à rupture N_r dans les aciers N-Si et N

Plastic deformation energy cumulated W_t dependance with the number of cycles up to rupture N_r in the N-Si and N steels

L'énergie de déformation plastique cyclique ΔW_p qui permet la création et le mouvement des dislocations présente pour les deux matériaux étudiés une évolution au cours du cyclage qui dépend de la déformation totale imposée. A bas niveau de déformation ($\Delta \varepsilon_t \leq 1.2\%$), ΔW_p décroît durant les tous premiers cycles puis croît jusqu'à la rupture. A haut niveau de déformation ($\Delta \varepsilon_t \geq 1.6\%$), ΔW_p décroît tout au long du cyclage. Ces deux évolutions distinctes de ΔW_p peuvent s'expliquer par un mode de "remplissage" des lattes différent suivant le niveau de déformation.

Dans l'acier N-Si, une loi puissance du type Manson-Coffin lie ΔW_p à la durée de vie N_r . La seule connaissance de l'aire de la boucle d'hystérésis de ce matériau peut permettre d'estimer sa durée de vie.

Suivant la déformation totale imposée, l'énergie de déformation plastique cumulée à rupture W_t , correspondant à la sommation de ΔW_p sur l'ensemble des cycles, dépend de la composition chimique de l'acier 12% Cr à l'azote. A faible teneur en silicium (%pds Si=0.08%), W_t est indépendante de la déformation totale imposée alors qu'à plus haute teneur en silicium (%pds Si=0.20%), W_t dépend du niveau de déformation.

IV-4 EFFETS DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS 12% Cr A L'AZOTE

Au cours du premier chapitre, nous avons vu que la composition chimique conditionne dans les aciers martensitiques 12% Cr la microstructure, la nature et la stabilité des précipités et donc les propriétés mécaniques. Au cours du second chapitre, nous avons pu nous rendre compte de l'importance du traitement thermique et notamment du choix des températures d'austénitisation et de revenu. Cette dernière partie va donc s'intéresser à l'influence de ces deux températures sur le comportement en fatigue oligocyclique à température ambiante d'aciers 12% Cr à l'azote.

Dans l'acier N-Si, le traitement consistant en une austénitisation à 1150°C suivie d'un revenu à 750°C (figure II-9 b) décrit au second chapitre a été réalisé. Dans l'acier N, des revenus à 20°C (état brut-de-trempe) et à 500°C (pic de durcissement secondaire) ont été effectués après une austénitisation à 1050°C (figure II-9 c)).

IV-4-1 Effet de la température d'austénitisation

L'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1150°C provoque dans l'acier N-Si un grossissement du grain austénitique (12 μ m à 1050°C à 30 μ m à 1150°C) sans modification de la taille de latte. A 1150°C, une plus forte quantité d'azote est dissoute à l'intérieur des lattes de par la dissolution plus aisée des nitrures d'élaboration. La présence d'éléments non combinés tels que l'azote, le niobium et le vanadium provoque lors du revenu à 750°C la formation de très fins nitrures de type (Nb,V)X en plus des nitrures M₂X et des carbures M₂₃C₆.

IV-4-1-1 Tableaux de résultats

Les résultats obtenus lors des différents essais de fatigue oligocyclique ont été rassemblés dans le tableau IV-29 pour l'acier N-Si austénitisé à 1150°C. A titre indicatif, les résultats obtenus dans l'acier N-Si après austénitisation à 1050°C sont rappelés (tableau IV-30).

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FP 72	25700	0.654	0.030	0.624	599	-
FP 71	1156	1.678	0.914	0.764	716	-
FP 78	1480	1.670	0.878	0.878	706	-

T= 300 K

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

Tableau IV-29 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N-Si austénitisé à 1150°C et revenu à 750°C

Low cycle fatigue results of the N-Si steel austenized at 1150°C and tempered at 750°C

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FO 52	18277	0.657	0.137	0.520	492	553
FO 53	6000	1.037	0.461	0.576	524	600
FO 61	5471	1.035	0.424	0.611	546	658
FO 63	3454	1.243	0.627	0.616	561	656
FO 64	2107	1.244	0.631	0.613	585	673
FO 54	1020	1.648	1.027	0.621	594	674
FO 60	854	1.646	0.994	0.652	616	698
FO 58	780	2.056	1.348	0.708	640	726
FO 59	866	2.065	1.388	0.677	658	749

T= 300 K

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

Tableau IV-30 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N-Si austénitisé à 1050°C et revenu à 750°C

Low cycle fatigue results of the N-Si steel austenized at 1050°C and tempered at 750°C

IV-4-1-2 Evolution des contraintes

La figure IV-31 présente l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle semi-logarithmique obtenue pour les deux températures d'austénitisation dans N-Si.

Pour les deux variations de déformation totale imposée ($\Delta\epsilon_t=0.6\%$ et 1.6%), l'augmentation de la température d'austénitisation provoque une réduction de la plasticité qui s'accompagne de l'augmentation de 100 MPa de l'amplitude de contrainte et d'une augmentation de 40% de la durée de vie.

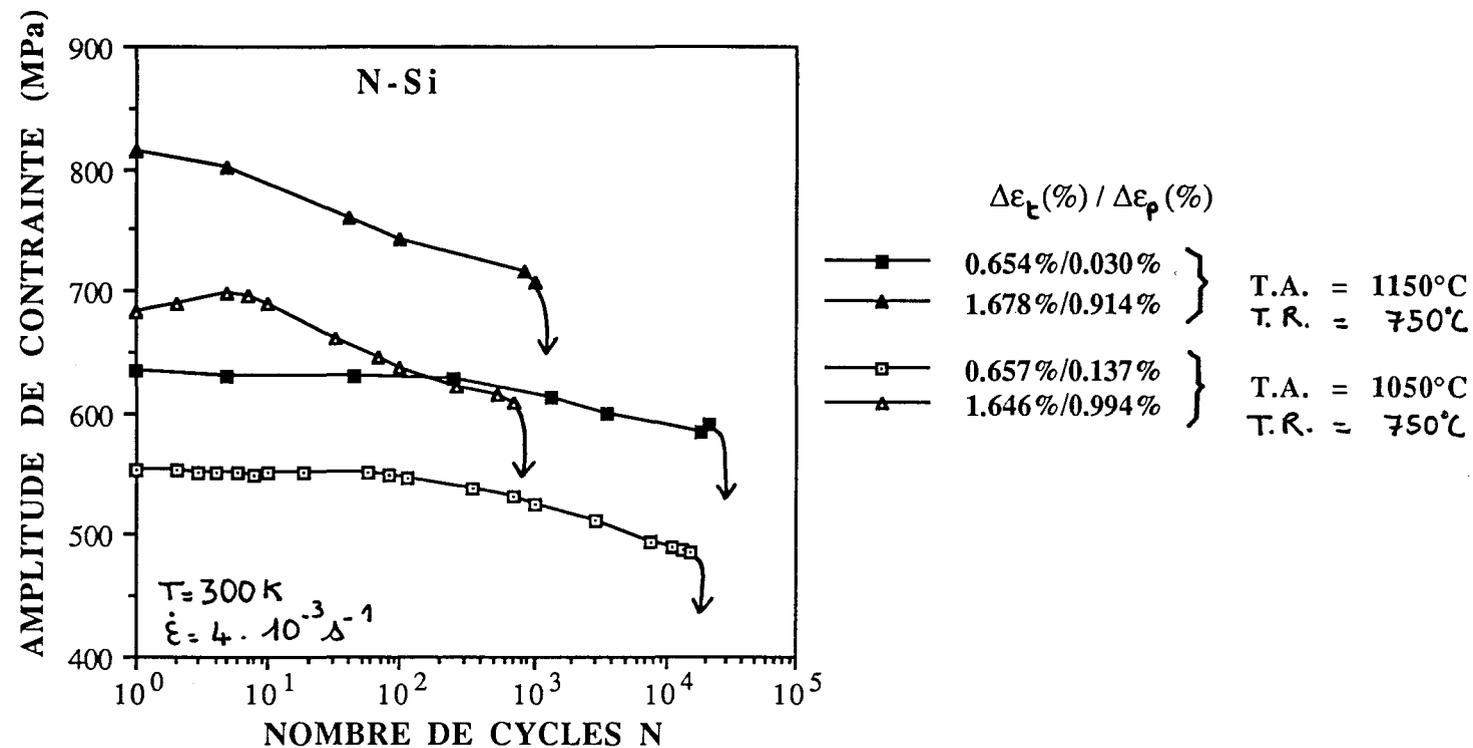


Figure IV-31 : Influence de la température d'austénitisation sur l'évolution des contraintes au cours du cyclage dans l'acier N-Si
Influence of the austenizing temperature on the stress evolution during cycling in the N-Si steel

IV-4-2 Effet de la température de revenu

La modification de la température de revenu n'influence pas la taille de l'ancien grain austénitique ni la taille de latte, mais modifie fortement la nature de la précipitation et le taux de restauration.

A l'état brut-de-trempe, la densité de dislocations est très importante et de la cémentite est présente.

Lors d'un revenu à 500°C, il y a précipitation de carbonitrides extrêmement fins de type (Nb,V)(C,N) localisés sur les dislocations suivie de la précipitation de nitrures de chrome intragranulaires de type Cr₂N. La fraction volumique de ces précipités est maximale à cette température de revenu. La densité de dislocations est encore élevée car le réarrangement des dislocations ne se fait de façon marquée qu'à partir d'une température de revenu de 700°C [17].

Pour un revenu à 750°C, des carbures M₂₃C₆ essentiellement aux joints de grains, des carbonitrides Cr₂(C,N) aux joints de lattes et carbonitrides (Nb,V)(C,N) sont présents. La restauration est importante à cette température.

IV-4-2-1 Tableaux de résultats

Les résultats obtenus lors des différents essais de fatigue oligocyclique réalisés ont été rassemblés dans les tableaux IV-32 pour l'acier N revenu à 20°C (brut-de-trempe) et IV-33 pour le même acier revenu à 500°C. A titre indicatif, les résultats obtenus dans l'acier N revenu à 750°C sont rappelés (tableau IV-34).

IV-4-2-2 Evolution des contraintes

Les figures IV-35 a) et IV-35 b) présentent l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle semi-logarithmique pour l'acier N respectivement revenu à 20°C et à 500°C. La figure IV-35 c) présente à titre de comparaison les résultats obtenus dans l'acier N revenu à 750°C.

Pour des niveaux de déformation totale imposée identiques, la déformation plastique est fortement réduite dans les échantillons revenus à 500°C et 20°C par rapport à ceux revenus à 750°C. La figure

IV-36 présente l'évolution de l'amplitude de la contrainte au cours du cyclage pour une variation de déformation plastique commune aux trois températures de revenu réalisées dans l'acier N. La réalisation d'un revenu au niveau du pic de durcissement (T.R.=500°C) provoque le doublement des niveaux de contrainte qui s'accompagne d'une sévère réduction de la durée de vie du matériau. Un effet comparable mais légèrement moins prononcé est observé dans le matériau brut-de-trempe.

L'évolution de la contrainte pour l'acier N revenu au niveau du pic de durcissement (figure IV-36) met en évidence, qu'à cette température de revenu, la phase d'initiation apparaît différente de celle observée pour les deux autres températures de revenu et qu'il n'y a pas de stabilisation de la contrainte.

Il serait maintenant nécessaire d'analyser les arrangements de dislocations obtenus pour cette température de revenu.

Valeurs relevées à $N_r/2$

n° essai	N_r	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FP 21	4531	1.275	0.209	1.067	956	1063
FP 20	1800	1.647	0.472	1.176	1009	1175

T= 300 K

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

Tableau IV-32 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N austénitisé à 1050°C et revenu à 20°C

Low cycle fatigue results of the N- steel austenized at 1050°C and tempered at 20°C

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FO 99	non dét.	0.640	0.016	0.624	620	-
FP 10	3282	1.276	0.111	1.166	1077	1118
FP 17	1974	1.360	0.128	1.232	1113	1162
FP 31	1304	1.457	0.201	1.256	1162	1209
FO 87	1213	1.656	0.375	1.282	1173	1273

T= 300 K

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

Tableau IV-33 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N austénitisé à 1050°C et revenu à 500°C

Low cycle fatigue results of the N steel austenized at 1050°C and tempered at 500°C

Valeurs relevées à $N_r/2$

n°essai	N_r	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	σ (MPa)	σ_{max} (MPa)
FO 83	22985	0.654	0.181	0.473	430	496
FO 86	18661	0.659	0.162	0.498	446	525
FO 84	2654	1.660	1.034	0.626	533	631
FO 85	2190	1.662	1.119	0.543	531	621

T= 300 K

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

Tableau III-34 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique de l'acier N austénitisé à 1050°C et revenu à 750°C

Low cycle fatigue results of the N steel austenized at 1050°C and tempered at 750°C

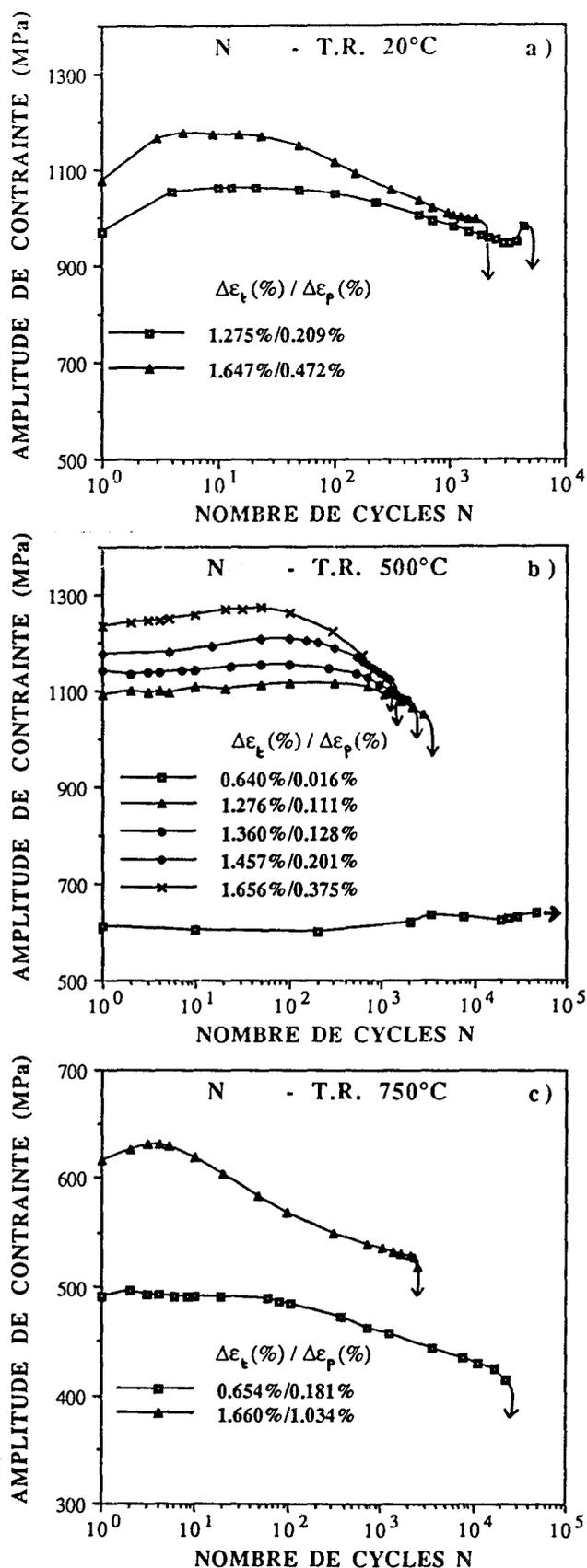


Figure IV-35 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour l'acier N : a) revenu à 20°C (brut-de-trempe); b) revenu à 500°C ; c) revenu à 750°C

Variation of stress amplitude with the number of cycles of the N steel : a) tempered at 20°C (as-quenched); b) tempered at 500°C; c) tempered at 750°C

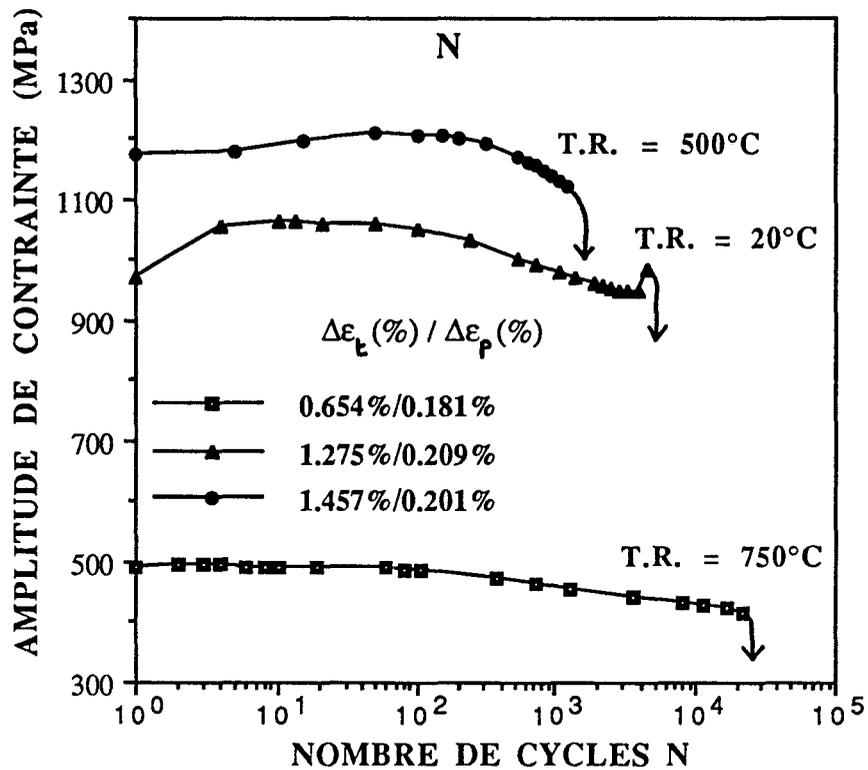


Figure IV-36 : Influence de la température de revenu sur l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles dans l'acier N

Influence of the tempering temperature on the stress evolution during cycling in the N steel

L'augmentation de la température d'austénitisation engendre une légère augmentation de la taille du grain austénitique qui n'a qu'un effet secondaire sur les niveaux de contrainte. L'effet principal produit par l'élévation de la température d'austénitisation est indirect car il opère sur les phénomènes de précipitation au cours du revenu. Les fins nitrures (Nb,V)X formés au cours du revenu à 750°C uniquement après une austénitisation à 1150°C interagissent avec les dislocations et sont responsables de l'augmentation de la contrainte sans modification de la durée de vie.

L'évolution de la nature et de la taille des précipités avec la température de revenu modifie fortement le comportement en fatigue oligocyclique d'aciers 12% Cr à l'azote. Notamment, l'épinglage efficace des dislocations par la précipitation extrêmement fine formée lors d'un revenu à 500°C est responsable des niveaux de contrainte très élevés enregistrés.

L'analyse des structures de dislocations permet d'établir sans ambiguïté le lien entre la localisation de la déformation plastique dans les matériaux avec l'endommagement en surface observé.

Un effet marqué de la composition chimique sur les structures de dislocations formées est observé entre les différents matériaux.

Dans l'acier 12% Cr conventionnel au carbone, on observe à bas niveau de déformation un arrangement des dislocations en cellules uniquement dans les îlots de ferrite au niveau desquels se forment en surface des extrusions longues et isolées. A haut niveau de déformation, à la fois les îlots de ferrite et les lattes de martensite sont le siège d'arrangements cellulaires. En plus des extrusions longues et isolées, des extrusions courtes et arrangées en paquets formées dans les lattes sont observées en surface.

Dans les deux aciers 12% Cr à l'azote complètement martensitique, un arrangement des dislocations en cellules est observé dans les lattes de martensite. L'augmentation de la teneur en silicium provoque un arrangement moins bien achevé. Des extrusions courtes et regroupées en paquets, plus nombreuses dans l'acier à basse teneur en silicium, se forment dans les lattes sollicitées.

La teneur en silicium influence également l'énergie de déformation plastique cyclique cumulée W_t qui correspond à l'énergie qu'un matériau est capable de dissiper et d'absorber jusqu'à ce que la rupture se produise. Dans l'acier le plus chargé en silicium, N-Si, W_t dépend du niveau de déformation imposé alors qu'elle reste constante quelque soit le niveau imposé dans l'acier le moins chargé en silicium N.

En corrélant les arrangements de dislocations observées à rupture et l'évolution au cours du cyclage de l'énergie de déformation plastique cyclique, un mode de "remplissage" des lattes a été élaboré. A bas niveau de déformation, les lattes sont progressivement activées quand une saturation apparaît dans les lattes déjà activées. A haut niveau de déformation,

un grand nombre de lattes est sollicité dès le début du cyclage dans lesquelles l'arrangement des dislocations en cellules va opérer jusqu'à rupture.

Les deux aciers 12% Cr à l'azote présentent un comportement proche de celui des matériaux cubiques à faces centrées : arrangement tridimensionnel des dislocations en cellules, contrainte interne largement supérieure à la contrainte effective et qui impose l'évolution de la contrainte macroscopique. Cependant, l'augmentation de la teneur en silicium provoque une augmentation de la contrainte effective ce qui déplace le comportement du matériau vers le domaine "basse température". Ceci se traduit par un arrangement cellulaire moins bien achevé et une plasticité de surface réduite.

Une augmentation des niveaux de contrainte cyclique peut être produite autrement que par l'augmentation de la teneur d'éléments d'alliage tel que le silicium. La modification de la température d'austénitisation et/ou de la température de revenu provoque des changements importants dans les phénomènes de précipitation ce qui a un large effet sur le comportement mécanique cyclique d'aciers 12% Cr alliés à l'azote. L'effet le plus marqué a été obtenu après une austénitisation à 1050°C suivie d'un revenu à 500°C dans l'acier N.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV

- 1- J.-B. VOGT, G. DEGALLAIX and J. FOCT
Cyclic mechanical behavior and microstructure of a 12Cr-Mo-V martensitic stainless steel
Fatigue of Engineering Materials and Structures, Vol. 11, n°6, 1988, p. 435-446
- 2- J.I. DICKSON, J. BOUTIN and L. HANDFIELD
Letter : A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses
Materials Science and Engineering, Vol. 64, 1984, p. L7-L11
- 3- J.T. MICHALAK
The influence of temperature on the development of long-range internal stress during the plastic deformation of purity iron
Acta Metallurgica, n°13, 1965, p. 213-222
- 4- J.C. LI
Dislocation dynamics in deformation and recovery
Canadian Journal of Physics, n°45, 1967, p. 493-508
- 5- D. KUHLMANN-WILSDORF and C. LAIRD
Dislocation behaviour in fatigue : friction stress and back stress as inferred from an analysis of hysteresis loops
Materials Science and Engineering, Vol. 37, 1979, p. 111-120
- 6- J.-B. VOGT
Influence de l'azote interstitiel et de la température sur les structures de dislocations obtenues par fatigue d'aciers inoxydables austénitiques
Thèse de doctorat ès Sciences Physiques, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, Laboratoire de Métallurgie Physique, 1991
- 7- H.-R. PAK and J. CHU
Friction Stress and Back Stress in Cyclically Deformed Ni₃Ge Single Crystals
Materials Science and Engineering, Vol. 100, 1988, p. 31-36
- 8- B. ARONSSON and L. GRANÄS
Strain Rate Sensitivity and Ductile-Brittle Behavior of Polycrystalline Fe-Si Alloys with 2.5, 3.5 and 4.5 Wt Pct Si
Metallurgical Transactions, Vol. 2, 1971, p. 1087-1093
- 9- B. SESTAK, V. NOVAK and S. LIBOVICKY
Cyclic deformation of single crystals of iron-silicon alloys oriented for single slip
Philosophical Magazine A, Vol. 57, n°3, 1988, p. 353-381
- 10- J.D. MORROW
Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals
ASTM, Spec. Tech. Publ., Vol. 378, 1964, p. 45-87

11- G.R. HALFORD

The Energy Required for Fatigue

Journal of Materials, Vol. 1, n°1, 1966, p. 3-18

12- D. LEFEBVRE and F. ELLYIN

Cyclic response and inelastic strain energy in low cycle fatigue

International Journal of Fatigue, Vol. 6, n°1, 1984, p. 9-15

13- C. BATHIAS et J.-P. BAILON

La fatigue des matériaux et des structures

**Maloine SA éditeur, les presses de l'université de Montréal, 1980,
p. 136**

14- F. ELLYIN and B. LI

Crack initiation and fatigue lives in air and vacuum environments

Materials Science and Engineering, A 171, 1993, p. 105-113

15- M. GIGLIO and L. VERGANI

Plastic Strain Energy in Low-Cycle Fatigue

Metallurgical Science and Technology, Vol. 12(2), 1994, p. 72-77

16- C. BATHIAS et J.-P. BAILON

La fatigue des matériaux et des structures

**Maloine SA éditeur, les presses de l'université de Montréal, 1980,
p. 135**

17- F. VANDERSCHAEVE

**Influence de l'azote en forte concentration sur les phénomènes de précipitation
dans les aciers**

**Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille ,
27 Septembre 1993**

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Des essais de fatigue oligocyclique associés aux microscopies électroniques à balayage et en transmission ont permis d'apporter des informations précieuses sur l'influence de la composition chimique, notamment de l'effet d'éléments d'alliage tels que l'azote et le silicium, et du niveau de déformation imposé dans les aciers ionoxydables martensitiques 12% Cr soumis à des sollicitations cycliques.

Au cours d'un traitement thermique (austénitisation à 1050°C, trempe à l'air, revenu à 750°C°), le remplacement partiel du carbone par de l'azote provoque le raffinement de la microstructure (diminution de la taille de l'ancien grain austénitique, de la taille de latte), de la nature de la précipitation et la suppression des larges îlots de ferrite observés dans l'acier conventionnel 12% Cr au carbone. Ces différences microstructurales provoquent une augmentation des niveaux de contrainte, un endommagement en surface et un arrangement différent des dislocations en cellules.

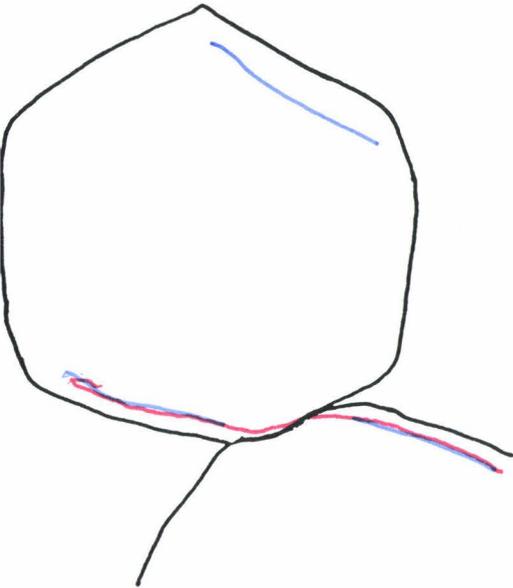
La composition chimique des deux nuances 12% Cr alliées à l'azote étudiées se différencie principalement par leur teneur en silicium. L'augmentation de la teneur en silicium entraîne une augmentation importante des niveaux de contrainte, un endommagement en surface réduit et un arrangement plus difficile des dislocations en cellules. Les deux figures qui suivent résument de façon schématique le lien établi entre l'endommagement en surface et la localisation de la déformation plastique dans les différents matériaux suivant le niveau de déformation.

Afin d'éclaircir l'influence de l'élément d'alliage silicium sur le comportement cyclique d'aciers 12% Cr à l'azote, des études complémentaires ont été réalisées. Des mesures de contraintes internes et effectives sur les boucles d'hystérésis ont permis de montrer que l'augmentation de la contrainte macroscopique observée lors de l'augmentation de la teneur en silicium est provoquée uniquement par l'augmentation de la contrainte effective. Ceci met en évidence que le

LIEN ENTRE L'ENDOMMAGEMENT EN SURFACE ET L'ARRANGEMENT DES DISLOCATIONS

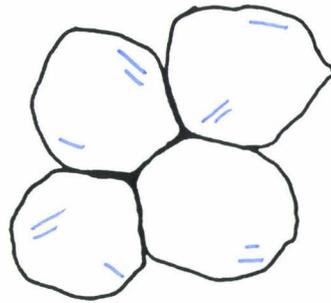
• Bas niveau de déformation :

C-Si



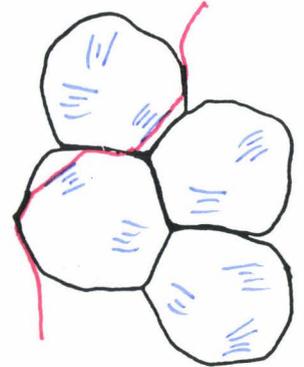
• longues extrusions isolées

N-Si

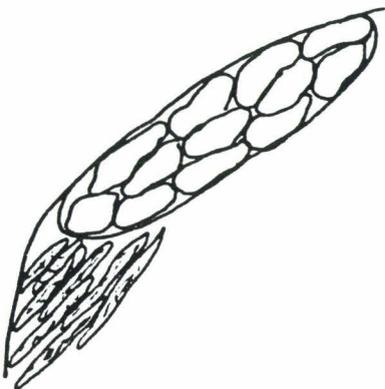


• petites extrusions isolées

N



• nombreuses extrusions regroupées en paquets

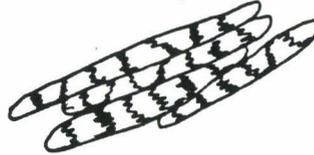


• cellules allongées dans les îlots de ferrite enchevêtrements de dislocations dans les lattes



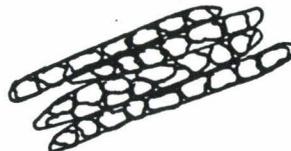
enchevêtrements de dislocations

+

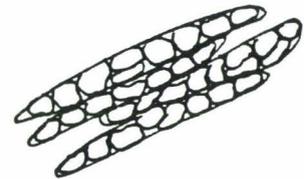


cellules aux parois diffuses

+



cellules assez bien formées dans les lattes les mieux orientées



• cellules bien formées dans un grand nombre de lattes

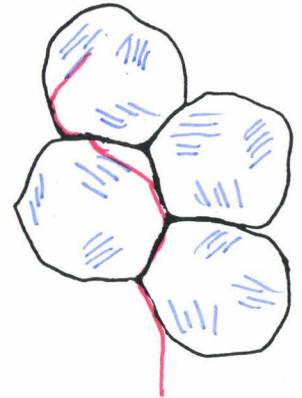
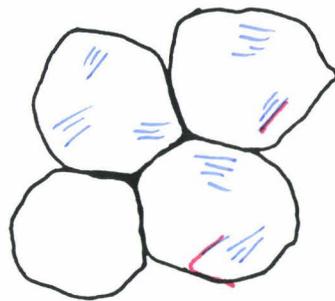
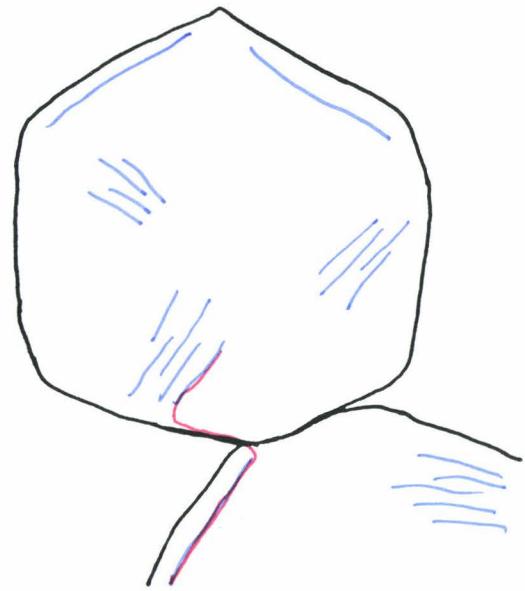
LIEN ENTRE L'ENDOMMAGEMENT EN SURFACE ET L'ARRANGEMENT DES DISLOCATIONS

• Haut niveau de déformation :

C-Si

N-Si

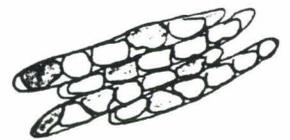
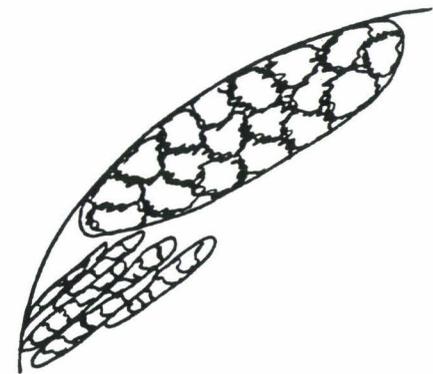
N



• longues extrusions localisées près des joints de grains et petites extrusions transgranulaires regroupées en paquets

• extrusions regroupées en paquets

• extrusions regroupées en paquets sur toute la surface



• cellules aux parois diffuses dans les îlots de ferrite
cellules en formation dans les lattes

cellules contenant une grande densité de dislocations
+



condensation de dislocations sur les joints des lattes les plus étroites

• cellules bien formées et désorientées dans quasiment toutes les lattes

silicium agit directement sur les interactions à courte distance en réduisant les longueurs du glissement des dislocations. Cela permet de comprendre l'endommagement en surface réduit et les arrangements de dislocations moins bien achevés dans l'acier N-Si.

Des mesures d'énergie de déformation plastique cyclique, correspondant à l'aire d'une boucle d'hystérésis, ont été réalisées dans les deux nuances à l'azote. A l'appui des structures de dislocations observées à rupture, elles ont permis de comprendre l'arrangement progressif des dislocations dans les lattes de martensite au cours de la durée de vie qui diffère suivant le niveau de déformation imposé. A bas niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t=0.6\%$), l'arrangement des dislocations initialement présentes se produit tout d'abord dans un nombre restreint de lattes. Quand ces dernières saturent, il est nécessaire d'activer sans cesse de nouvelles lattes. A haut niveau de déformation ($\Delta\varepsilon_t=1.6\%$), un très grand nombre de lattes est activé dès le début du cyclage. Les lattes initialement activées seront suffisantes pour accommoder toute la déformation plastique jusqu'à rupture. Ce mode de "remplissage" des lattes permet de comprendre l'évolution des contraintes observée.

Au cours de cette étude, nous avons pu nous rendre compte combien la taille de latte est la paramètre microstructural qui gouverne le comportement mécanique cyclique des aciers martensitiques 12% Cr à l'azote. Afin de mieux comprendre son effet, il serait maintenant intéressant de réaliser des traitements qui permettraient de faire varier sa taille en figeant la composition chimique et la nature de la précipitation.

ANNEXE

ANNEXE

Caractérisation de la désorientation entre cellules de dislocations par diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle

Sur l'initiative et sous la conduite avisée du Professeur J.-P. Morniroli

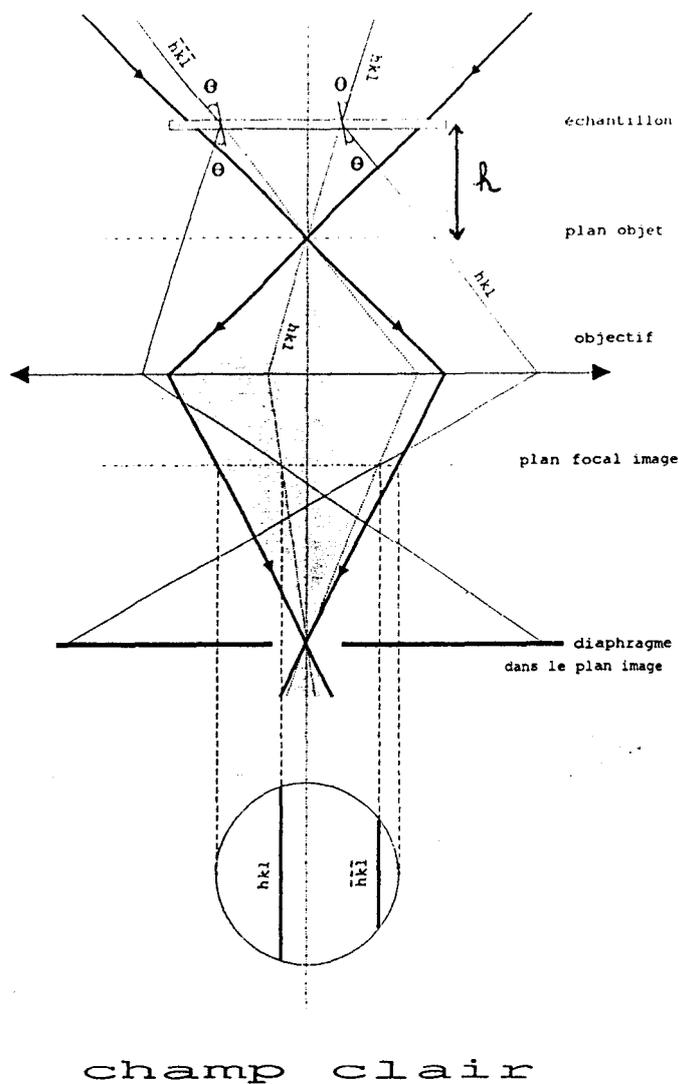
I- Intérêt de la diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle

En diffraction en faisceau parallèle, les faisceaux diffractés et le faisceau transmis convergent dans le plan focal de l'objectif pour donner des réflexions ponctuelles.

En diffraction en faisceau convergent, le faisceau incident forme un cône de demi-angle d'ouverture α focalisé sur l'échantillon constitué d'un ensemble de faisceaux élémentaires parallèles. Chacun de ces faisceaux se comporte comme s'il était seul et donne lieu à un point transmis et un point diffracté dans le plan focal. Les réflexions ponctuelles deviennent des taches [1].

La diffraction électronique en faisceau convergent (Convergent Beam Electron Diffraction) utilise un faisceau faiblement convergent de demi-angle d'ouverture α inférieur à 0.5° . La taille de la zone diffractée est faible (de 5 à quelques dizaines de nanomètres) ce qui permet de considérer l'épaisseur et l'orientation du cristal constantes. Un inconvénient important de cette technique est le faible nombre de lignes observées dans un disque diffracté [1]. Pour augmenter ce nombre, il est nécessaire d'augmenter la convergence du faisceau incident : c'est la technique de diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction) dont la convergence du faisceau incident peut atteindre 3° . L'aire illuminée est alors importante et les variations d'épaisseur et d'orientation de l'échantillon ne sont plus négligeables [1].

En augmentant la taille des disques qui se recouvrent, les lignes hkl diffractées se superposent aux lignes -h-k-l transmises ce qui altère le contraste des clichés. En élevant d'une hauteur h l'échantillon par rapport au plan objet de l'objectif, cela permet de séparer les faisceaux transmis et diffractés au niveau du plan objet et du plan conjugué image (figure 1).



champ clair

Figure 1 : Principe de la technique LACBED [1]
LACBED technic principle [1]

La surélévation de l'échantillon provoque l'apparition d'informations sur l'espace direct de l'échantillon. L'image se superpose alors au cliché de diffraction.

II- Méthode de caractérisation d'un joint de grain

Nous avons vu précédemment que la technique LACBED de part l'importance de l'aire illuminée est sensible au changement d'orientation notamment à la désorientation dans un cristal introduite par la présence d'un joint de grain. Pour pouvoir caractériser un joint de grain, il est nécessaire de déterminer les cinq degrés de liberté macroscopiques qui fixent la relation géométrique entre les deux cristaux de part et d'autre du joint [2]. Les deux premiers degrés sont déterminés par un vecteur

unitaire c , autour duquel s'effectue la rotation qui permet de passer d'un cristal à l'autre. Le troisième degré de liberté est l'angle de rotation θ autour de l'axe c . Les deux derniers degrés sont donnés par le vecteur unitaire n , normal au plan du joint. L'axe c et l'angle θ sont déterminés à partir d'une matrice de rotation R qui permet de passer du cristal I au cristal II.

Pour déterminer la matrice de rotation, il est nécessaire de connaître deux couples de direction de chacun des deux cristaux déterminés pour deux orientations différentes de l'échantillon [2,3]. Comme on a simultanément le cliché de diffraction et l'image avec la méthode LACBED, les clichés de diffraction de chaque cristal sont alors limités par l'emplacement du joint. L'indexation de ces clichés permet de déterminer la direction de chacun des cristaux : soient $B_1^{(1)}$ et $B_1^{(2)}$ les orientations obtenues lors de la première expérience respectivement pour le cristal I et pour le cristal II et soient $B_1^{(1)'}$ et $B_1^{(2)'}$ celles obtenues au cours de la deuxième expérience après avoir tilté l'échantillon. A partir des directions déterminées expérimentalement, on construit un repère orthonormé pour chacun des cristaux :

- cristal I : repère orthonormé $(B_1^{(1)}, B_2^{(1)}, B_3^{(1)})$ avec

$$B_2^{(1)} = B_1^{(1)' } \wedge B_1^{(1)}$$

$$B_3^{(1)} = B_1^{(1)} \wedge B_2^{(1)}$$

de matrice $G_1 = [B_1^{(1)}, B_2^{(1)}, B_3^{(1)}]$

- cristal II : en procédant comme pour le cristal 1, on obtient la matrice $G_2 = [B_1^{(2)}, B_2^{(2)}, B_3^{(2)}]$

La matrice de rotation R qui permet de passer du cristal I au cristal II est alors :

$$R = G_2 \cdot G_1^{-1} = (r_{ij})$$

De cette matrice on calcule :

- l'angle de rotation $\theta = \cos^{-1}[1/2(r_{11} + r_{22} + r_{33})]$
- les cosinus directeurs du vecteur c :

$$c_1 = (r_{32} - r_{23}) / 2 \sin \theta$$

$$c_2 = (r_{13} - r_{31}) / 2 \sin \theta$$

$$c_3 = (r_{21} - r_{12}) / 2 \sin \theta$$

III- Applications

La diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle a déjà été appliquée avec succès à des joints de forte désorientation dans l'alumine α [1] dans laquelle l'angle de rotation est déterminé avec une précision de $\pm 0.05^\circ$. J.-P. Mornioli et A. Leclère [1,4] ont appliqué cette technique à la mesure de la désorientation entre cellules de dislocations présentes dans l'acier N-Nb cyclé à rupture sous une variation de déformation totale imposée $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ (figure 2). Malgré des difficultés liées à l'échantillon (faible taille des cellules, complexité des parois cellulaires, faible désorientation entre les cellules, magnétisme de l'échantillon) et moyennant quelques précautions expérimentales, les deux clichés LACBED présentés sur les figures 3a et 3b obtenus pour deux orientations différentes ont conduit aux valeurs de désorientations suivantes :

- axe de rotation: $[-131 \ 67 \ -76]$
- angle de rotation : $3.17^\circ \pm 0.1^\circ$

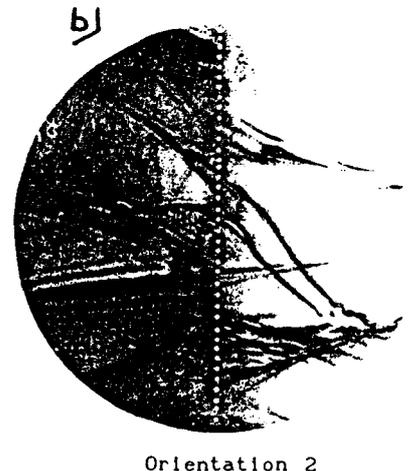
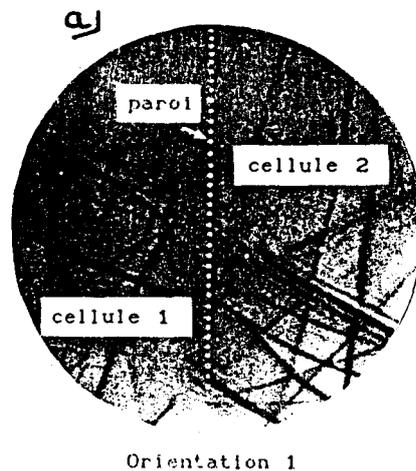


Figure 2 :
Micrographie électronique [4]
Electronic microscopy [4]

Figure 3 :
Clichés LACBED [4]
LACBED patterns [4]

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DE L'ANNEXE 1

[1] A. LECLERE

Caractérisation de la désorientation de joints de grains dans l'alumine et la ferrite par diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle
Rapport de projet de fin d'étude, Université des Sciences et Techniques de Lille, Juin 1993

[2] D.N. SEIDMAN

Experimental investigation of internal interfaces in solids
Materials interfaces, atomic-level structure and properties, Chapitre II, édité par D. WOLF et S. YIP, Chapman and Hall, 1992

[3] P. DELAVIGNETTE

Geometrical approach to the coincidence
Structure et propriétés des joints intergranulaires, Caen, 6-9 Septembre 1982
Journal de Physique, T 43, Supplément au n° 12, 1982

[4] J.-P. MORNIROLI, A. LECLERE, C. BIGEON, J.-B. VOGT

Caractérisation de la désorientation entre cellules de dislocations par diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle
Colloque S.F.M.E., Villeurbanne-Lyon, 1993

